

**PENGARUH VARIASI *DOPING* ZIRKONIUM PADA LITHIUM SODIUM
TITANIUM OXIDE ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) TERHADAP KINERJANYA
SEBAGAI BAHAN AKTIF ANODA BATERAI LITIMUM-ION**

TUGAS AKHIR SKRIPSI

Diajukan kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Negeri Yogyakarta Untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Guna Memperoleh
Gelar Sarjana Sains



OLEH:

DIAZ FATAHILAH

14306141049

PROGRAM STUDI FISIKA

JURUSAN PENDIDIKAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

2018

**PENGARUH VARIASI *DOPING* ZIRKONIUM PADA LITHIUM SODIUM
TITANIUM OXIDE ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) TERHADAP KINERJANYA
SEBAGAI BAHAN AKTIF ANODA BATERAI LITIMUM-ION**

TUGAS AKHIR SKRIPSI

Diajukan kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Negeri Yogyakarta Untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Guna Memperoleh
Gelar Sarjana Sains



OLEH:

DIAZ FATAHILAH

14306141049

PROGRAM STUDI FISIKA

JURUSAN PENDIDIKAN FISIKA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS NEGERI YOGYAKARTA

2018

LEMBAR PERSETUJUAN

Tugas Akhir Skripsi dengan Judul

**PENGARUH VARIASI *DOPING* ZIRKONIUM PADA LITHIUM SODIUM
TITANIUM OXIDE ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) TERHADAP KINERJANYA
SEBAGAI BAHAN AKTIF ANODA BATERAI LITIMUM-ION**

Disusun Oleh

Diaz Fatahilah

NIM 14306141049


Telah memenuhi syarat dan disetujui oleh Dosen Pembimbing untuk dilaksanakan
Ujian Akhir Tugas Akhir Skripsi
bagi yang bersangkutan


Yogyakarta, 11 Juli 2018

Disetujui,

Dosen Pembimbing II.

Ketua Program Studi Fisika.


Drs. Nur Kadarisman, M.Si
NIP 190640205 199101 1 001


Wipsar Sunu Brams Dwardaru, Ph.D
NIP 19800129 200501 1 003

HALAMAN PENGESAHAN




Tugas Akhir Skripsi

**PENGARUH VARIASI *DOPING* ZIRKONIUM PADA LITHIUM SODIUM
TITANIUM OXIDE ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) TERHADAP KINERJANYA SEBAGAI
BAHAN AKTIF ANODA BATERAI LITIMUM-ION**

Disusun Oleh:
Diaz Fatahilah
NIM 14306141049

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji Tugas Akhir Skripsi Program Studi
Fisika Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri
Yogyakarta
Pada tanggal 20 Juli 2018

TIM PENGUJI

Nama Jabatan	Tandatangan	Tanggal
<u>W.S. Brams Dwandaru, Ph.D</u> Ketua Penguji/Pembimbing		20-07-2018
<u>Dr. Ir. Bambang Prihandoko</u> Sekretaris Penguji		28-07-2018
<u>Dr. Heru Kuswanto, M.Si</u> Penguji Utama		24-07-2018

Yogyakarta, 24 Juli 2018
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Dekan



Dr. Hartono

NIP. 19620329 198702 1 002

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini

Nama : Diaz Fatahilah

NIM : 14306141049

Program Studi : Fisika-S1

Judul Skripsi : Pengaruh Variasi *Doping* Zirkonium pada Lithium Sodium
Titanium Oxide ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) terhadap Kinerjanya
Sebagai Bahan Aktif Anoda Baterai Litium-Ion

Menyatakan bahwa skripsi ini benar-benar hasil karya saya sendiri. Sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang ditulis atau diterbitkan orang lain kecuali sebagai acuan kutipan dengan mengikuti tata penulisan karya ilmiah yang telah lazim. Apabila terbukti pernyataan saya tidak benar, sepenuhnya merupakan tanggung jawab saya.

Yogyakarta, 5 Juli 2018

Yang menyatakan



Diaz Fatahilah
NIM 14306141049

MOTTO

"Tentang apa yang harus kita lakukan, hal pertama yang harus kita pertimbangkan sebagai sesuatu yang menghalangi kita...Sekarang, ada sebuah masalah yang jelas-jelas terlihat di depanmu. Kira-kira apa itu?"

(8-man)

"Jika kita hanya melakukan apa yang kita inginkan, tidak ada bedanya dengan berputar-putar. Karena kau melakukan apa yang tidak kau inginkan dan itu tidak menyenangkan bagimu, maka itu dinamakan bekerja."

(8-man)

"Banyak cara agar pekerjaan itu tidak terjadi. Tapi begitulah, Ide utama dari bekerja adalah bagaimana caranya agar kita tidak bekerja"

(8-man)

"Jika aku harus bekerja meskipun aku tidak mau, itu adalah momen dimana aku berpikir tentang apa yang harus kulakukan. Jika aku menundanya, maka akan membuatnya menjadi beban yang semakin besar. Kalau begitu, akan menjadi sebuah masalah dimana aku harus menyelesaikan itu dengan efisien"

(8-man)

PERSEMBAHAN

Karya ini saya persembahkan untuk:

- ∞ Bapak Syaiful dan Ibuk Patriawati ayah-ibu tercinta, Puti Lara Gobah dan Catur Krisna Gobah kakak-kakak yang sangat perhatian, Serta Gita Aliya Ramadhan adik tersayang yang turut ikut mendoakan membuat saya terus semangat untuk mengerjakan karya ini. Terima kasih atas doa dan dukungannya, perhatian dan pengertiannya yang tercurahkan begitu sempurna.
- ∞ seluruh sahabat-sahabat, teman-teman, serta orang terdekat yang selalu mendoakan dan memberikan dukungan untuk saya.
- ∞ Rekan-rekan penelitian dari Tim Baterai Litium PPF-LIPI yang sudah memberikan bantuan baik berupa ilmu maupun tenaga. Terimakasih sudah mengajarkan berbagai hal dan membantu dalam proses pengambilan data

Pengaruh Variasi *Doping* Zirkonium pada Lithium Sodium Titanium Oxide ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) terhadap Kinerjanya Sebagai Bahan Aktif Anoda Baterai Litium-ion

Oleh
Diaz Fatahilah
14306141049

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk i) mensintesis bahan aktif sodium litium titanat dengan *doping* zirkonium ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) dengan metode metalurgi serbuk (*powder metallurgy*), ii) mengetahui pengaruh variasi *doping* zirkonium (Zr) pada $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ terhadap struktur kristalnya, iii) mengetahui pengaruh variasi *doping* zirkonium pada $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ terhadap puncak-puncak vibrasi gugus fungsionalnya, dan iv) mengetahui pengaruh variasi *doping* zirkonium pada $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ terhadap kinerjanya sebagai bahan aktif anoda baterai Litium-ion (Li-ion).

Metode yang digunakan untuk mendapatkan senyawa $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ adalah metode metalurgi serbuk. Proses ini dilakukan dengan tahapan penimbangan bahan-bahan dengan berbagai variasi indeks x pada $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$, yakni: 0; 0,05; dan 0,1. Bahan-bahan tersebut terdiri dari $\text{LiOH}(\text{H}_2\text{O})$, NaHCO_3 , dan TiO_2 serta ZrO_2 sebagai *doping* Zr. Bahan-bahan tersebut kemudian dicampur dan dikalsinasi pada suhu 700°C selama 2 jam. Setelahnya dilakukan *milling* untuk memperhalus bahan kemudian di-*sintering* selama 8 jam pada suhu 800°C . Material hasil sintesis kemudian di analisis menggunakan X-ray diffraction (XRD) dan *Fourier transform infrared* (FTIR). Dan setelah dibuat kedalam model sel baterai, kemudian di analisis dengan uji *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS), *cyclic voltammetry* (CV), dan uji *charge/discharge* (CD).

Hasil dari analisa XRD menunjukkan bahwa fasa NaLiTiO_7 merupakan fasa yang mendominasi pada tiap nilai indeks x . Uji FTIR menunjukkan bahwa puncak-puncak vibrasi yang muncul relatif sama untuk tiap nilai x . Penambahan Zr tidak menyebabkan terbentuknya fasa lain sehingga dapat dikatakan bahwa Zr berhasil di-*doping* dan tidak terlalu mengubah parameter kisi kristal. Adanya beberapa perbedaan puncak vibrasi Zr-O yang di-*doping* Zr pada puncak vibrasi sekitar $400 - 500\text{ cm}^{-1}$. Uji CV menunjukkan rasio I_{pc}/I_{pa} 61%, 77%, dan 84% untuk tiap kenaikan indeks x . Hasil *charge* dengan CD menunjukkan kapasitas spesifik sekitar 59,2 mAh/g, 64,5 mAh/g, dan 104,0 mAh/g untuk tiap kenaikan x . Hasil *electrochemical impedance spectroscopy* (EIS) menunjukkan hasil konduktivitas $2,154 \times 10^{-5}\text{ S/cm}$, $1,191 \times 10^{-5}\text{ S/cm}$ dan $1,220 \times 10^{-5}\text{ S/cm}$. Dari ketiga hasil ini disimpulkan bahwa bahan ini cocok sebagai bahan aktif anoda karena stabil meski nilai konduktivitasnya berkurang ketika konsentrasi Zr bertambah.

Kata kunci: sodium litium titanat, zirkonium, sel baterai, Li-ion, kapasitas baterai.

The Effect Zr-doped variant of Lithium Sodium Titanium Oxide ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) for Battery Performances as the Anode Active Materials of Lithium-ion Batteries

by
Diaz Fatahilah
14306141049

ABSTRACT

The objective of this study is to i) synthesize the active materials sodium lithium titanate with doped zirconium ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) by powder metallurgy methods, ii) know the effect zirconium variant doped to sodium lithium titanate ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) for its crystallite structure, iii) know the effect zirconium doped to sodium lithium titanate ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) for vibration peaks from its functional groups, iv) know the effect zirconium doped to sodium lithium titanate ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) for its performance as Anode active materials of Lithium-ion Battery

The method to obtain $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ compounds will be executed with powder metallurgy methods. Firstly, is measuring the mass of raw materials with considered x as its variant; $\text{LiOH}(\text{H}_2\text{O})$, NaHCO_3 , and TiO_2 so ZrO_2 as the Zr doped materials. Then all of them, be mixed and calcined at 700°C for 2 hours. After that, is milled to smoth the mixed calcined materials and then it's sintered at 800°C for 8 hours. The result sintered products is analyzed with X-ray diffraction (XRD) and Fourier transform infrared (FTIR). And after it's made to cell battery model, and then it's analyzed with electrochemical impedance spectroscopy (EIS), cyclic voltammetry (CV), and charge/discharge (CD).

The result product analyzed with XRD, described that NaLiTiO_7 phase is the dominating phases for all x different value, and FTIR is describe that any vibration peaks mostly nothing different for all x different value. Zr doped, does not cause the formation of other phases so that it can be said Zr successfully doped and not too change the parameters of the crystal lattice. The existence of some difference of Zr-O vibration peak doped Zr at the peak of vibration around $400\text{-}500\text{ cm}^{-1}$. The cyclic voltammetry test shows the I_{pc} / I_{pa} ratio of 61%, 77%, and 84% for each increment of x , the charge yield indicates a specific capacity of about 59.2 mAh/g, 64.5 mAh/g and 104.0 mAh/g for an increase x , and electrochemical impedance spectroscopy results show the conductivity of $2,154 \times 10^{-5}\text{ S/cm}$, $1.1913 \times 10^{-5}\text{ S/cm}$ and $1.2201 \times 10^{-5}\text{ S/cm}$, in these three results it is concluded that the material is suitable as anode anode material because it is stable even though the conductivity value decreases when added Zr.

Keywords: sodium lithium titanate, zirconium, battery cell, Li-ion, capacity of Battery

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, segala puji dan syukur hanya terpanjatkan kepada Allah SWT atas segala limpahan rahmat dan karunia-Nya. Shalawat dan salam selalu tercurahkan kepada baginda Rasulullah Muhammad SAW, beserta para keluarga dan sahabat-sahabatnya yang tak pernah lelah mensyiarkan agama Islam. Suatu kebahagiaan serta kebanggaan yang luar biasa bagi penulis yang telah menyelesaikan skripsi ini dengan judul **“Pengaruh Variasi *Doping* Zirkonium pada Lithium Sodium Titanium Oxide ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) terhadap Kinerjanya Sebagai Bahan Aktif Anoda Baterai Litium-ion”**.

Berhasilnya usaha penyusunan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih atas terselesaikannya penulisan skripsi ini kepada:

1. Dr. Hartono, selaku Dekan FMIPA UNY atas pemberian fasilitas dan bantuannya untuk memperlancar administrasi tugas akhir.
2. Yusman Wiyatmo, M.Si., selaku Ketua Jurusan Pendidikan Fisika FMIPA Universitas Negeri Yogyakarta yang telah memberikan izin dalam pelaksanaan penelitian skripsi ini.
3. Nur Kadarisman, M.Si., selaku Ketua Program Studi Fisika Universitas Negeri Yogyakarta, yang sudah memberikan izin pelaksanaan skripsi ini.
4. Dr. Bambang Prihandoko, selaku Pembina Tugas Akhir Mahasiswa dari Pusat Penelitian Fisika Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (PPF-LIPI) yang telah berkenan memberikan proyek tugas akhir ini dan memberikan masukan dan saran selama proses penelitian di PPF-LIPI.

5. Wipsar Sunu Brams Dwandaru, Ph.D., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan arahan, solusi, dan kesabarannya dari penelitian berlangsung hingga terselesaikannya skripsi ini.
6. Staff dan Bapak/Ibu Pembina dari PPF-LIPI, yang telah membantu baik dalam proses pembuatan sampel, pengoperasian alat, dan pengambilan data penelitian untuk proyek tugas akhir ini.
7. Bambang Ruwanto, M.Si., selaku dosen Penasehat Akademik yang telah memberikan arahan dan motivasi dari awal memasuki lingkungan kampus FMIPA UNY hingga sekarang..
8. Semua pihak yang telah membantu penulis yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari dalam penyusunan naskah skripsi ini masih banyak kekurangan. Oleh karena itu, penulis sangat mengharap saran dan kritik yang bersifat membangun dari semua pihak untuk penyempurnaan lebih lanjut. Semoga naskah skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Yogyakarta, 5 Juli 2018

Penulis

Diaz Fatahilah

DAFTAR ISI

	Halaman
LEMBAR PERSETUJUAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
SURAT PERNYATAAN.....	iv
MOTTO	v
PERSEMBAHAN	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xvii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xviii
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang.....	1
B. Identifikasi Masalah.....	5

C. Batasan Masalah.....	6
D. Rumusan Masalah	6
E. Tujuan Penelitian.....	7
F. Manfaat Penelitian.....	7
BAB II LANDASAN PUSTAKA.....	8
A. Baterai.....	8
1. Pengerian Baterai.....	8
2. Teori Potensial dan Kapasitas	10
3. Prinsip Kerja Baterai	12
4. Komponen elektroda	15
5. Baterai Li-ion.....	16
6. Anoda	18
a. Grafit.....	18
b. LTO (dalam $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$).	19
c. NaLTO (LTO ter- <i>dopinng</i> Natrium).....	21
B. Proses Pembuatan.....	22
1. Metalurgi Serbuk.....	22
2. Kalsinasi.....	22
3. Sintering	23
C. Uji Eksperimen.....	24
1. Karakterisasi <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)	24

2. <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	26
3. <i>Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)</i>	28
4. <i>Cyclic Vammetry (CV)</i>	30
5. <i>Charge/Discharge</i>	32
 BAB III METODE PENELITIAN	 33
A. Waktu dan Tempat Penelitian	33
B. Alat dan Bahan Penelitian.....	33
C. Teknik Pengambilan Data	36
1. Variabel-variabel Penelitian.....	36
2. Tahap-tahap Penelitian.....	36
a. Persiapan.....	36
b. Analisis Reaksi.....	36
c. Penimbangan Bahan.....	37
d. Pencampuran	37
e. Tahap Kalsinasi.....	37
f. <i>Milling</i> dan <i>Sintering</i>	38
g. Uji XRD dan FTIR	38
h. Pembuatan Sampel Lembaran.....	39
i. Tahap <i>Coating</i>	39
j. Tahap Ansembling.....	40
k. Uji EIS	40

l. Uji CV	40
m. Uji CD	41
D. Diagram Alir tahap Penelitian.....	42
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	43
A. Karakterisasi Material Anoda $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$	44
1. Analisis XRD.....	44
2. Uji FTIR.....	47
B. Pengujian Baterai 1/2 Sel dengan Anoda $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ setelah coating ..	50
1. Uji EIS	50
2. Analisa CV	51
3. Analisa CD	54
BAB V PENUTUP	56
A. Kesimpulan.....	56
B. Saran.....	57
DAFTAR PUSTAKA.....	58
LAMPIRAN.....	62

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Skema susunan baterai Li-ion (Warner, 2015).....	3
Gambar 2.. Skema munculnya arus pada baterai Li-ion (Nord, 2013).....	9
Gambar 3. Ilustrasi EDL (Menictas, 2015).....	12
Gambar 4. Sinar yang datang terdifraksi oleh bidang atom.....	24
Gambar 5.. Diagram optik Michelson Interferometer (Smith, 2011).....	26
Gambar 6. Contoh analisa FTIR sumbu x menggambarkan wavenumber.....	27
Gambar 7 <i>Plot</i> total (garis kontinyu) dan faradaic (garis samar) bidang kompleks impedansi pada $E=0,1$	28
Gambar 8. Respon arus dan profil konsentrasi korespondensi (A-F) untuk CV yang responsible (Gosser, 1993).....	31
Gambar 9. Diagram alir penelitian.....	42
Gambar 10. Puncak-puncak difraksi yang muncul pada sampel saat x bernilai 0.....	45
Gambar 11. puncak-puncak difraksi yang muncul pada sampel saat x bernilai 0,05.....	46

Gambar 12. Puncak-puncak difraksi yang muncul pada sampel saat x bernilai 0,1.....	47
Gambar 13. <i>Peak-peak</i> ikatan dalam analisa FTIR; (a) $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ saat $x=0,1$, (b) $x=0,05$, (c) $x=0$	48
Gambar 14 Perbandingan hasil EIS tiap variasi x dalam satu kurva.....	51
Gambar 15. grafik CV untuk sampel $x = 0$ diambil pada siklus ke 3.....	52
Gambar 16. Grafik CV untuk sampel $x = 0.01$ diambil pada siklus ke 3.....	52
Gambar 17. Grafik CV untuk sampel $x = 0.1$ diambil pada siklus ke 3.....	53
Gambar 18. Grafik charge/discharge pada sampel untuk tiap variasi nilai x ..	54

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Karakter masing-masing bahan Anoda dan Katoda (Xianxiaet al, 2011) ..3	
Tabel 2. Puncak-puncak ikatan dalam analisa FTIR berdasarkan profil data49	
Tabel 3. Tabel nilai konduktivitas yang ditunjukkan oleh masing-masing nilai x50	
Tabel 4. Gambaran hasil pengamatan dan perhitungan grafik CV.....51	
Tabel 5. Gambaran hasil pengamatan dan perhitungan grafik CD.....55	

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN A.....	62
1. Perhitungan Komposisi Bahan.....	62
2. Perbandingan Komposisi Bahan NaLTO(Zr) : PVDF : Super P.....	64
3. Perhitungan Massa Lembara	64
LAMPIRAN B.....	65
1. Gambar Bahan-Bahan Penelitian.....	65
2. Gambar Alat-alat Penelitian	67
3. Gambar Beberapa Proses Penelitian	69
LAMPIRAN C.....	70
1. Analisa Fasa XRD	70
2. <i>Peak List</i> XRD pemberian lab.....	76
3. Profil Uji FTIR.....	79
4. Database ICDD.....	81

BAB I

PENDAHULUAN

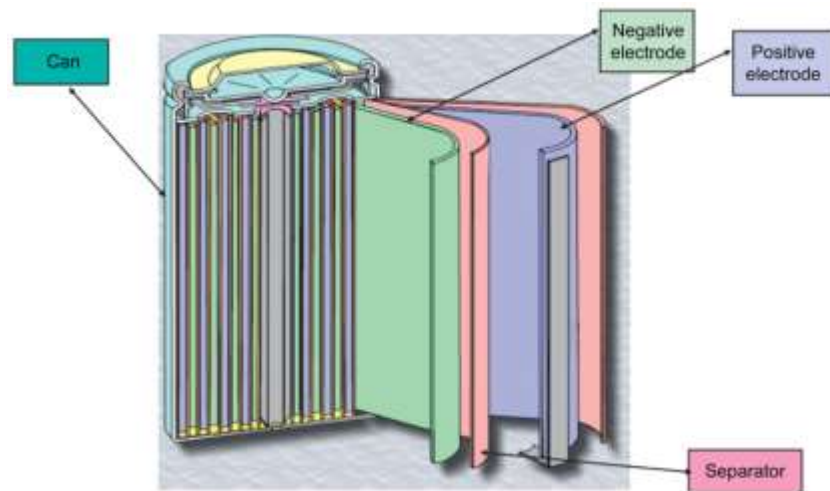
A. Latar Belakang

Di era globalisasi ini, kebutuhan akan energi semakin meningkat. Salah satu kebutuhan energi yang sangat dibutuhkan adalah energi listrik. Penggunaan energi listrik sangatlah luas, hampir seluruh kegiatan manusia membutuhkan energi listrik. Sebagai contoh, masyarakat membutuhkan listrik sebagai penerangan dan alat elektronik rumah, pabrik membutuhkan listrik untuk produksi, lembaga penelitian membutuhkan listrik sebagai penopang alat-alat penelitian, dan lain sebagainya. Berkaitan dengan listrik, kebanyakan perangkat elektronik yang membutuhkan listrik terutama perangkat elektronik portabel memiliki suatu komponen baterai sebagai sumber penghasil tegangan listrik searah (DC). Dengan semakin canggihnya teknologi yang ada hingga saat ini, berkembang berbagai jenis baterai yang muncul di pasaran. Jenis baterai yang biasanya sering digunakan untuk perangkat elektronik seperti *smartphone*, laptop, dan masih banyak lagi, adalah baterai jenis Litium-ion (Li-ion).

Baterai Li-ion adalah salah satu dari banyak teknologi penyimpanan energi saat ini yang tersedia dan secara luas digunakan dalam perangkat elektronik portabel. Pasar global untuk baterai sekunder Li-ion sekarang mencapai 10 juta dollar per tahun dan itu semakin berkembang dikarenakan rapat energi dan performa siklus yang tidak dapat disaingi perangkat penyimpanan energi lainnya (Xianxia et al, 2011). Baterai itu sendiri dapat didefinisikan sebagai suatu sel elektrokimia yang dapat

mengubah energi kimia menjadi energi listrik. Baterai umumnya tersusun atas beberapa komponen sel Li-ion terdiri dari Katoda, Anoda dan elektrolit ditambah dengan separator antara Anoda dan Katoda agar tidak terjadi kontak langsung pada baterai dan konslet.

Lithium Titanium Oxide (LTO) dikenal sebagai salah satu dari bahan Anoda terbaik untuk produksi baterai jenis Litium-ion kedepanya, terutama oleh karena siklus hidup (*cycle life*) –nya yang sangat panjang. Pada saat ini, studi hidup siklus baterai didasarkan pada baterai lithium ion dengan Anoda berwujud grafit. Akan tetapi, siklus hidup baterai lithium ion dengan Anoda berupa grafit terbatas karena tidak dapat menghindari akan pembentukan *solid electrolyte interphase* (SEI) yang terbentuk pada permukaan grafit, terjadinya *lithium plating* pada saat proses *charge* pada suhu rendah dan juga menimbulkan efek lainnya. Saat ini, LTO (dalam $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) dianggap sebagai bahan Anoda yang lebih baik ketimbang Anoda grafit konvensional, dikarenakan sifat LTO yang tidak teregang, partikel berukuran nano, tidak ada pembentukan film SEI, tidak terjadi *lithium plating* ketika *fast charging* dan *charge* pada suhu rendah, kestabilan termal pada saat di-charge pada suhu tinggi, dan lain-lain. Dengan begitu baterai litium-ion dengan Anoda LTO menunjukkan siklus hidup yang sangat panjang (Han et al, 2014). Susunan baterai Li-ion Seperti yang diperlihatkan Gambar 1.



Gambar 1. skema susunan baterai Li-ion (Warner, 2015)

Yang membedakan kinerja pada tiap baterai Li-ion adalah pemilihan komponen-komponen pada baterai tersebut, seperti yang dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. karakter masing-masing bahan Anoda dan Katoda (Xianxia *et al*, 2011)

Tipe	Senyawa	Kapasitas spesifik (mAh/g)	Tegangan kerja (V)
Anoda	Graphite	330	0.1-0.2
	Karbon Lunak	<700	<1
	Karbon Keras	600	<1
	$\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$	170	1.55
	TiO_2 (anatase/rutile)	168	1.85
	SnO	780	<0.5
Katoda	LiCoO_2	160	3.9
	LiNiO_2	180	3.6
	$\text{LiNi}_x\text{Co}_y\text{Mn}_z\text{O}_2$	~150-180	3.8
	$\text{LiNi}_x\text{Co}_y\text{Al}_z\text{O}_2$	180	3.7
	LiMn_2O_4	130	4.1
	$\text{LiMn}_{1.5}\text{Ni}_{0.5}\text{O}_4$	130	4.7
	LiFePO_4	160	3.45
	LiMnPO_4	81-150	4.1

Sedangkan untuk bahan Anoda misalnya LTO (dalam $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) memiliki tegangan keluaran yang tinggi sekitar 1,55 V. Belakangan ini Litium Titanat banyak

digemari dikarenakan perbedaannya dengan grafit yang tidak menghasilkan SEI. Dan LTO merupakan kandidat Anoda dalam baterai *fast charging* dan *fast discharging*.

Bahan Anoda LTO memang memiliki tegangan kerja yang tinggi, oleh karenanya penambahan Na pada bahan Anoda ini dilakukan untuk mengurangi tegangan kerja yang tinggi tersebut. LTO (dalam $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$) murni memiliki konduktivitas ionik dan elektronik yang rendah, ditambah tegangan kerjanya yang tinggi sebagai bahan Anoda, serta memiliki stabilitas siklik yang buruk (Priyono, 2015). Beberapa penelitian yang telah dilakukan seperti pelapisan karbon, *doping* oleh ion logam, hibridisasi dengan karbon dan logam bubuk, dan mengurangi ukuran partikel. Dengan men-*doping* bahan LTO dengan ion logam adalah cara terbaik untuk mengatasi masalah LTO. Dengan melakukan *doping* dengan menggunakan atom Na menimbulkan efek menurunkan tegangan kerjanya dan meningkatkan stabilitas siklus. Penambahan Na pada bahan Litium Titanat menurunkan tegangan kerja yang awalnya 1,55 V menjadi 1,3 V. Penambahan Na pada Litium Titanat telah berhasil membuat bahan aktif $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_6\text{O}_{14}$ yang tegangan kerjanya lebih rendah dibandingkan bahan Litium Titanat, akan tetapi bahan aktif ini memiliki *specific capacity* sekitar 60 mAh/g dan angka ini dapat dikatakan masih kecil.

Wang (2014) berhasil melakukan sintesis menggunakan metoda *solid-state reaction* dengan menambahkan *phenolic resin* untuk mengumpulkan (aglomerasi) partikel secara efektif. Dengan penambahan *doping* Zr, sampel tetap berada pada struktur dasar *cubic spinel*, sementara parameter kisi hanya sedikit bertambah. Pada

reaksi elektrokimia, penambahan *doping* Zr dapat mengurangi impedansi elektrokimia dan mengikat difusi Li-ion pada preparasi sampel. Setelah membaca hasil penelitian dimana pada hasil uji *charge/discharge* pen-*doping*-an Zr meningkatkan *specific capacity*, maka perlu dipertimbangkan penambahan Zr pada senyawa Sodium Litium Titanat untuk menambah *specific capacity* yang dimilikinya.

B. Identifikasi Masalah

Berdasarkan latar belakang penelitian yang penulis sampaikan didapat, diidentifikasi permasalahannya sebagai berikut:

1. Semakin canggihnya teknologi, menuntut akan perkembangan sumber energi alternatif seperti baterai Li-ion yang dapat digunakan sebagai baterai *fast charging* dan *discharging*.
2. Kandidat Anoda dalam baterai *fast charging* dan *discharging* adalah LTO
3. LTO memiliki tegangan kerja pada 1,55 V dimana tegangan ini cukup tinggi jika digunakan sebagai bahan Anoda. Oleh karena itu diperlukan perlakuan untuk mengatasi penurunan tegangan kerja yang tinggi sekaligus meningkatkan kapasitasnya.

C. Batasan Masalah

Adapun yang menjadi batasan masalah tersebut adalah sebagai berikut:

1. Bahan-bahan yang digunakan adalah bahan teknis $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$, NaHCO_3 , TiO_2 , dan ZrO_2 .
2. Metode yang digunakan untuk membuat senyawa bahan aktif adalah metode metalurgi serbuk.
3. Analisa kinerja Anoda dilakukan dengan uji CV, CD, dan EIS.

D. Rumusan Masalah

Seperti permasalahan yang sudah dijelaskan, rumusan masalah dalam penelitian ini dapat diberikan sebagai berikut:

1. Bagaimana sintesis bahan aktif Sodium Litium Titanat dengan *doping* Zr untuk senyawa $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ dengan metode metalurgi serbuk?
2. Bagaimana pengaruh variasi *doping* Zirkonium pada Sodium Litium Titanat ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) terhadap struktur kristalnya?
3. Bagaimana pengaruh variasi doping Zirkonium pada Sodium Litium Titanat ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) terhadap puncak-puncak vibrasi gugus fungsionalnya?
4. Bagaimana pengaruh variasi doping Zirkonium pada Sodium Litium Titanat ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) terhadap kinerjanya sebagai bahan aktif Anoda baterai Litium-ion?

E. Tujuan Penelitian

Adapun yang menjadi tujuan dari penelitian ini adalah

1. Menyintesis bahan aktif Sodium Litium Titanat dengan *doping* Zr untuk senyawa $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ dengan metode metalurgi serbuk.
2. Mengetahui pengaruh variasi *doping* Zirkonium pada Sodium Litium Titanat ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) terhadap struktur kristalnya.
3. Mengetahui pengaruh variasi *doping* Zirkonium pada Sodium Litium Titanat ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) terhadap puncak-puncak vibrasi gugus fungsionalnya.
4. Mengetahui pengaruh variasi *doping* Zirkonium pada Sodium Litium Titanat ($\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$) terhadap kinerjanya sebagai bahan aktif Anoda baterai Litium-ion.

F. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut :

1. Dapat memberikan informasi mengenai pengaruh variasi nilai x untuk sintesis $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ dengan men-*doping* Zr terhadap kinerjanya sebagai bahan aktif Anoda baterai Litium.
2. Penelitian ini merupakan inovasi baru akan pemanfaatan ZrO_2 sebagai pen-*doping* Zr untuk sintesis $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ sebagai bahan aktif Anoda baterai lithium sehingga dapat digunakan sebagai rujukan penelitian selanjutnya

BAB II

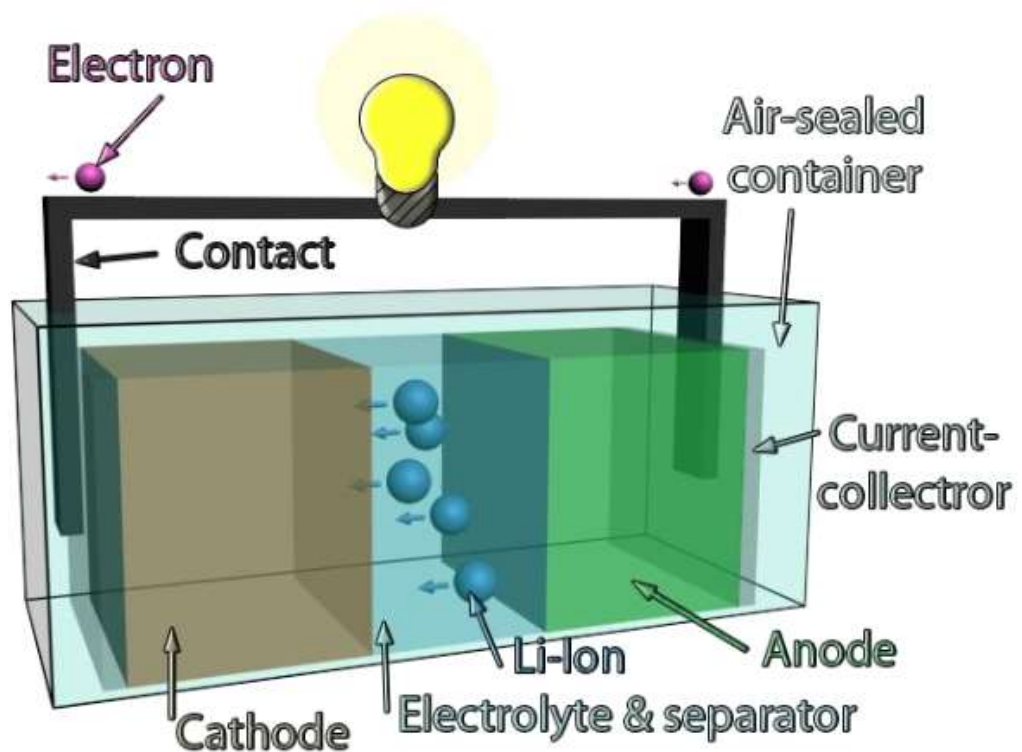
LANDASAN PUSTAKA

A. Baterai

1. Pengertian Baterai

Baterai adalah sebuah perangkat yang memperbolehkan konversi antara energi kimia dan energi listrik. Disebabkan oleh adanya reaksi oksidasi-reduksi (redoks) elektrokimia antara bahan aktif yang tersusun dalam ruang sel-nya, dipisahkan dengan sebuah elektrolit yang mangkonsuksikan ion. Secara tradisional, baterai diklasifikasikan dalam dua kategori yanitu baterai primer dan sekunder. Klarifikasi baterai primer dan sekunder didasarkan pada apakah energi pada baterai dapat dipulihkan (mengisi) kembali atau tidak. Baterai primer tidak memiliki kemampuan untuk dapat diisi kembali. Konversi energi pada baterai primer berlangsung secara *irreversible*, dan tidak digunakan lagi setelah energi yang terkandung dalam bahan aktif sudah lemah atau sudah habis. Baterai sekunder (*rechargeable*), berbeda dengan baterai primer, dimana baterai ini bisa diisi secara elektrik dengan menyuplaikan arus listrik dalam arah yang berlawanan, mengembalikan keadaan baterai seperti pada keadaan semula yaitu melalui sebuah reaksi pembalikan dari oksidasi-reduksi menjadi reaksi reduksi-oksidasi pada kedua elektroda. (Menictas et al, 2015).

Baterai Li-ion saat ini adalah penerapan ilmu Kimia dalam aplikasinya sebagai baterai yang paling banyak digemari, dimana tercatat sekitar 60% pasar penjualan dunia dimiliki oleh penjualan baterai *portable* (Nordh, 2013). Jenis Li-ion memiliki rapat energi yang tinggi di antara baterai isi ulang komersial pada saat ini yang pada awalnya memiliki tegangan baterai yang tinggi disertai kapasitas tinggi dan ringan. Akan tetapi kinerja yang dimiliki masih perlu ditingkatkan untuk memenuhi tuntutan kuat kedepannya.



Gambar 2.. Skema munculnya arus pada baterai Li-ion (Nord, 2013).

Pada Gambar 2, menjabarkan adanya reaksi kimia yang melibatkan transfer elektron oleh karena perubahan keadaan oksidasi ke keadaan reduksi, juga disebut

reaksi redoks. Setiap reaksi redoks memiliki sebuah tegangan spesifik yang mengikutinya. Tidak ada nilai praktis yang absolut terhadap nilai tegangan tersebut, maka dari itu perlu pendekatan pada pengukuran sistem tegangan spesifik pada reaksi kesetimbangan yang terjadi.

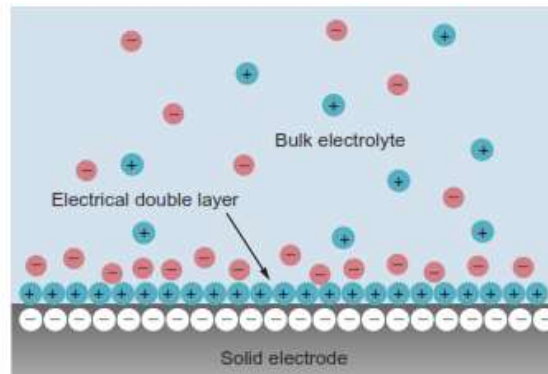
Untuk mengukur tegangan reaksi, dapat dilakukan dengan langkah eksperimen dimana terlebih dahulu perlu diketahui siapa yang bertindak sebagai anoda dan yang sebagai katoda (tempat dimana reaksi redoks berlangsung). Tegangan spesifik untuk sebuah reaksi bergantung pada suhu, tekanan, dan aktifitas reaktan. Standar pengukuran tegangan diukur melawan nilai dibawah kondisi ini disebut standar potensial reduksi *normal temperature and pressure* (NTP).

2. Teori Potensial dan Kapasitas.

Biasanya, dalam sel elektrokimia, reaksi sel penuh terdiri dari dua buah reaksi setengah bebas yang menggambarkan perubahan kimia pada dua elektroda. Tidak seperti reaksi kimia pada umumnya yang hanya mencakup perubahan kimia dari suatu zat, proses elektrokimia juga melibatkan transfer spesies bermuatan (elektron atau ion) antara elektroda dan elektrolit. Reaksi elektroda bersifat heterogen dan biasanya berlangsung di daerah antarmuka elektroda-elektrolit. Baik proses faradaik dan nonfaradaik, keduanya sama-sama terjadi dalam proses elektroda yang khas. Proses Faradaik proses transfer muatan di seluruh wilayah antarmuka, menghasilkan reaksi redoks. Jika tidak ada transfer muatan yang terjadi dalam proses maka proses dinamakan nonfaradaik, tetapi *adsorpsi* dan *desorpsi* spesies pada permukaan

elektroda menyebabkan distribusi tidak seragam pada spesies bermuatan positif dan negatif di seluruh antarmuka. Muatan positif terakumulasi di satu sisi antarmuka sementara muatan negatif terkumpul pada sisi lainnya, membentuk suatu lapisan ganda listrik (EDL) yang tepat berada didekat antarmuka elektrolit-elektroda. Karena ketebalan EDL yang kecil, medan listrik di dalam EDL bisa sangat kuat, dan potensial listrik biasanya berubah drastis ketika melewati satu fase konduksi ke fase yang lainnya. Karena adanya redoks, spesies harus melewati EDL untuk melakukan reaksi dengan elektroda, tegangan antarmuka sangat penting dalam mengendalikan arah dan tingkat transfer muatan dalam reaksi elektroda. tegangan antarmuka merupakan gaya pendorong untuk mengisi daya transfer sehingga secara signifikan mempengaruhi proses reaksi elektroda. Sel potensial, diukur dalam volt (V), adalah jumlah aljabar dari semua potensial antarmuka dalam sel elektrokimia dan merupakan salah satu istilah paling mendasar dalam elektrokimia.

Perbedaan antara potensial elektroda katoda dan anoda sebanding dengan potensial sel. Potensial sel didefinisikan sebagai perubahan energi bebas dalam sel, dan secara teori dapat ditentukan dengan menggunakan termodinamika elektrokimia. Pada Gambar 3 memperlihatkan adanya EDL pada permukaan elektroda.



Gambar 3.Ilustrasi EDL (Menictas, 2015).

Dalam sebuah sel elektrokimia jumlah muatan listrik yang tersimpan dalam sel, dinyatakan dalam coulomb (C), atau ampere-hours (Ahr), adalah jumlah maksimal energi yang dapat diekstrak dalam sel. Parameter siklus sama halnya dengan kondisi penyimpanan dan pelepasan muatan yang memiliki pengaruh dalam tingkah dari siklus kapasitas pada baterai. Pada kenyataannya, kapasitas penuh untuk sebuah baterai tidak akan pernah direalisasikan, dikarenakan 100% rasio pemanfaatan elektroaktif material tidak mungkin dilakukan pada reaksi sel (Menictas, et al. 2015).

3. Prinsip Kerja Baterai.

Prinsip kerja baterai (Putra, 2015) sebagai berikut:

- a). Proses *discharge* berlangsung apabila sel dihubungkan dengan beban maka elektron mengalir dari anoda melewati beban menuju ke katoda. Dan selanjutnya ion negatif akan mengalir ke anoda diikuti dengan ion-ion positif mengalir ke katoda.

b). Pada proses *charge* terjadi apabila sel dihubungkan dengan catu daya sehingga elektroda positif menjadi anoda dan elektroda negatif menjadi katoda oleh karena itu proses kimia yang berlangsung adalah .

- 1). Aliran elektron terbalik.
- 2). Ion negatif akan mengalir dari katoda ke anoda.
- 3). Ion positif mengalir dari anoda ke katoda.

Baterai memiliki dua jenis material aktif. Dalam reaksi redoks, salah satu material aktif teroksidasi dengan memberikan elektron sehingga bilangan oksidasi naik dan material aktif lain tereduksi dengan menerima elektron dan dengan demikian mengurangi bilangan oksidasinya. Secara fisik, reaksi oksidasi terpisah dari reaksi reduksi dan membawa elektron melalui rangkaian luar sehingga elemen galvanik (atau sel baterai) terbentuk. Selama elektron bergerak melalui rangkaian luar maka akan ada arus yang dapat digunakan, sebagai contoh kekuatan bola lampu pada senter dipengaruhi oleh jumlah elektron yang melewati bola lampu dan akan mati ketika tidak ada lagi elektron yang melewati lampu. Tujuan utama dari semua sel elektrokimia seperti baterai adalah untuk mengkonversi energi kimia yang tersimpan menjadi energi listrik. Setiap reaksi redoks memiliki tegangan tertentu yang terkait dengan energi kimianya. Ada nilai absolut praktis untuk potensial baterai sehingga sistem pengukuran relatif digunakan sebagai gantinya. Dalam sel baterai, tempat reduksi selalu disebut katoda dan tempat oksidasi disebut anoda. Dalam elektroda yang bertindak sebagai anoda dan yang bertindak sebagai katoda ditentukan oleh

seberapa potensial reduksi standar mereka berhubungan satu sama lain sehingga lebih mudah teroksidasi. Elektroda dengan potensial standar yang lebih tinggi akan bertindak sebagai katoda, dan potensial yang lebih rendah sebagai anoda (Winter, 2004). Kedua elektroda yang dipisahkan oleh terisolasi elektronik dan sistem ionik yang disebut elektrolit, saat sedang terhubung dengan sebuah rangkaian luar maka akan terjadi aliran elektron. Elektrolit biasanya adalah larutan garam. Jika elektrolit tidak terisolasi elektronik, elektron akan diangkut melalui elektrolit bukan melalui rangkaian luar, dan baterai akan hubung pendek, sehingga menimbulkan kerusakan pada kapasitasnya. Namun demikian, masih ada banyak elektrolit yang memiliki nilai konduksi elektronik meskipun terhitung rendah. Sementara konduksi ini tidak cukup untuk baterai sirkuit pendek dan *rate* yang cepat, hal itu akan menyebabkan semakin lambatnya self-discharge dari waktu ke waktu, sehingga dalam waktu penyimpanan baterai menjadi terbatas (Winter, 2004).

Ada beberapa cara untuk menentukan kinerja baterai. Empat konsep umum yang terpenting untuk energi dan listrik. Energi dapat dinyatakan dalam energi spesifik yang diukur dengan W.Hr/kg dan kepadatan energi diukur dengan W.Hr/L . Kepadatan energi juga dapat diukur dengan gravimetrik dan volumetri, masing-masing daya listrik yang spesifik dinyatakan dalam (W/kg) dan kerapatan daya (W/L) (Nordh, 2013). Kerapatan daya/ daya spesifik dan kepadatan energi/ energi spesifik dari baterai dapat berubah tergantung desain sel. Ketebalan lapisan bahan elektroda memberikan energi yang tinggi akibatnya peningkatan jumlah pada bahan aktif, tetapi

ini juga meningkatkan panjang difusi ion dalam materi ion yang ada, yang pada dasarnya menurunkan daya. Sebaliknya, lapisan tipis elektroda memberikan jalur difusi singkat dan daya lebih tinggi, akan tetapi materi aktif yang terkandung kurang banyak sehingga mengakibatkan densitas energi tersebut menurun. Dengan demikian, perbaikan satu sifat pada ketebalan coating juga dapat mengurangi biaya produksi (Nordh, 2013).

4. Komponen Elektroda.

Elektroda pada baterai merupakan bahan aktif yang dibuat ke bentuk lembaran. Bagian lembaran elektroda dalam baterai sering digabungkan dari beberapa bahan; tiga komponen utama komponen yang yaitu bahan aktif, konduktor elektronik (biasanya menggunakan karbon aktif) dan pengikat (biasanya menggunakan *poliviniliden fluorida* atau PVDF). Bahan aktif adalah bahan yang mengambil bagian dalam reaksi redoks yang menghasilkan arus listrik dalam baterai. Bahan aktif biasanya memiliki sifat konduksi elektronik yang rendah, dan karena itu pada bahan aktif perlu ditambahkan konduktor elektronik. Bahan aktif ditambah pengkonduktif dan dicampur dalam bentuk bubuk, pengikatnya ditambahkan untuk membuat ikatan elektroda bersama-sama. Campuran elektroda ini dilapiskan ke kolektor arus dalam proses produksi (Nordh, 2013).

5. Baterai Litium-ion

Baterai Li-ion (LIB) pertama kali dikomersilkan oleh 'Sony Corp'. Memasarkan sebuah pemecahan dalam bidang perangkat penyimpan energi elektrokimia yang mampu mengembangkan jenis yang lebih kecil, lebih kuat, dan perangkat elektronik *portable* ringan, sebagaimana untuk contohnya adalah ponsel, laptop, dan kamera. Meskipun demikian, konsep ini telah dikembangkan sebelum 1970-an. Penggeseran lithium metal dari kombinasi bahan anoda dan katoda untuk mengatasi kekurangan terkait menggunakan lithium metal sebagai anoda. Oleh karena persoalan hebat lebih baik dari *lithium plating* rendah dan pelepasan efisiensi. Perwujudan nyata pertama semacam "*rocking chair battery*", sebagaimana itu diperkenalkan asalnya, kemudian di laporkan oleh Scrosati dan Lazarri menggunakan bahan WO_2 sebagai anoda dan TiS_2 sebagai katoda dengan secara signifikan membuktikan kestabilan siklus dan efisiensi. Meskipun begitu, pencapaian utam Sony Corp., memimpin untuk kesuksesan terbaik untuk LIB yang tentunya telah mengkombinasi komponen elektroda yang cocok, dinamakan *carbonaceous* sebagai anoda dan LiCoO_2 sebagai katoda. Kedua bahan-bahan dan kemampuan pemasukan litium secara *reversible* telah dilaporkan beberapa tahun sebelumnya. Juga, kemungkinan utilitas *propylene carbonate* (PC) berdasarkan elektrolit telah dipertimbangkan sejak 1958. Namun, kombinasi dari material ini dalam baterai baru, yang hanya Li-ion dikumpulkan untuk katoda terhadap anoda selama *charge* dan kembali lagi *discharge*,

menghasilkan 3,6 V melampaui rapat energi 200 WhL^{-1} dan 80 Wh kg^{-1} dan melebihi batas yang diharapkan (Menictas, 2015).

Dalam beberapa tahun terakhir pada 1990-an, tingginya harga bahan bakar minyak membuat para peneliti untuk menemukan teknologi baterai terbaru yang dapat digunakan dalam aplikasi kendaraan listrik sebagai pengganti minyak. Sehingga didapat solusi baterai litium sebagai penggantinya. Baterai litium itu sendiri dibagi menjadi tiga kategori pembagian, yaitu: litium metal, litium polymer dan litium ion. (Whittingham, 1976).

Litium ion yang dirakit ke dalam model sel baterai memiliki tiga komponen utama yaitu katoda (elektroda positif), anoda (elektroda negatif) dan separator. Jika dilihat lebih dalam dari tiap komponen tersebut, berbagai bahan katoda dan anoda memberikan fleksibilitas dalam merancang baterai untuk kebutuhan aplikasi yang bersifat khusus, akan tetapi dalam jumlah yang besar, dimungkinkan dapat menimbulkan penafsiran lebih dalam pada reaksi kimia tertentu yang dikembangkan (Whittingham, 1976). Berbagai kelebihan dan kekurangan untuk masing-masing komponen dapat dijelaskan dengan karakteristik listrik dan kinerja baterai seperti tegangan, kapasitas, kepadatan energi, tingkat kemampuan, siklus hidup, dan lama hidup dapat berubah dikarenakan pemilihan bahan yang berbeda untuk anoda, katoda, elektrolit dan separator memiliki konsekuensi pada karakteristik listrik baterai tersebut.

Tidak ada suatu kombinasi tertentu dari komponen sel baterai yang dapat memenuhi setiap kebutuhan di semua aplikasi. Oleh karena itu diharuskan memilih salah satu diantaranya dan memodifikasi komponen sel untuk diaplikasikan dalam memenuhi kebutuhan akan baterai. Merubah komposisi bahan, ukuran partikel serta morfologi pada baterai dilakukan untuk mendapatkan kinerja dari jenis baterai tertentu. Keunggulan baterai litium yaitu ukurannya jauh lebih kecil dan juga lebih ringan dibandingkan dengan jenis teknologi baterai lain hingga saat ini. Sehingga baterai litium adalah baterai yang memiliki perkembangan paling besar di antara semua teknologi penyimpanan energi (Whittingham, 1976).

6. Anoda

Anoda pada sel baterai merupakan elektroda negatif dimana pada komponen ini berlangsung reaksi oksidasi kimi yang mengakibatkan terlepasnya elektron ke dalam sirkuit eksternal. Anoda pada awalnya tersusun oleh karbon (seperti grafit dan karbon berat) sebagai bahan dasar (90%) dan bahan pengikat (10%). Untuk mencegah paduan Litium pada kondisi reduksi rendah digunakan Cu-foil yang digunakan sebagai pengganti kolektor arus dari Al-foil.

a. Grafit

Saat ini LIB pada umumnya menggunakan grafit sebagai anoda, karakter daripada grafit yaitu bekerja pada -2,5 V terhadap standar elektroda. Ketika ber-interkalasi dengan jenis bahan lain, umumnya oksida logam transisi ketika digunakan sebagai

katoda mampu bekerja sekitaran 1,0 V. Dengan satu elektroda yang bekerja pada - 2.5V (grafit) dan yang lainnya di 1,0 V (logam transisi), sehingga total tegangan sel dimana baterai beroperasi adalah 3,5 V. Potensial ini memang cukup besar untuk membuat elektrolit tetap stabil secara kimiawi selama terjadinya reaksi oksidasi dan reduksi. Bahkan, sebagian besar elektrolit tidak stabil dalam potensial yang ada dalam baterai lithium (Xu, 2004). Adapula graphene yang secara tidak sengaja ditemukan oleh kimiawan dan konstantin novoselov melihat peneliti seniornya yang sedang meneliti grafit, dikatakan bahwa graphene memiliki sifat konduktivitas listrik baik dan bersifat konduktor, memiliki mobilitas elektron sekitar $15000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ (Hidayat, 2015)

b. LTO (dalam $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$)

LTO merupakan singkatan dari Lithium Titanium Oxide, pada baterai biasanya menggunakan LTO dalam rumus senyawa $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$. Potensial elektrokimia yang rendah terkait dengan interkalasi lithium dalam grafit menimbulkan resiko dalam keadaan tertentu; masalah dengan dendrit lithium tidak sepenuhnya dihindari, dan dalam kondisi dingin atau kepadatan arus tinggi, lithium plating dan pembentukan dendrit dapat terjadi pada permukaan grafit. Dalam hal ini, LTO disarankan sebagai pengganti grafit dalam aplikasi dayanya tinggi karena potensial kerjanya 1.55 V mengurangi resiko pembentukan dendrit dibandingkan dengan grafit.

Berbeda dengan grafit yang mengalami perubahan volume sekitar 10% selama cycling sehingga menyebabkan *solid electrolyte interphase* (SEI) retak dan

memungkinkan terjadinya dekomposisi elektrolit. Hal ini dianggap sebagai salah satu mekanisme degradasi jangka panjang dalam baterai dengan anoda grafit (Verma, 2010). Pembentukan SEI mengarah pada hilangnya kapasitas *irreversible* dikarenakan pembentukan ini mengkonsumsi bahan aktif pada baterai, semakin tebal lapisan tipis pada umumnya akan semakin berakibat buruk pada baterai. Jumlah SEI yang terbentuk tergantung pada luas permukaan bahan aktif, sehingga pada umumnya penggunaan bahan berstruktur nano di elektroda terhalangi, karena bahan berstruktur nano ini akan menimbulkan kekurangan kapasitas yang terlalu tinggi.

LTO memiliki banyak potensi terutama dalam aplikasinya sebagai bahan anoda baterai. Potensial tertinggi yang dimiliki LTO dapat memungkinkan penggunaan aluminium foil (Al Foil) sebagai kolektor anoda yang mengandung tembaga, hal ini akan mengurangi biaya produksi pembuatan baterai dan juga dapat meningkatkan keamanan baterai. Potensial kerja yang lebih dekat dengan litium metal akan beresiko pada terbentuknya litium metal pada permukaan anoda, dan dengan demikian kemungkinan pembentukan dendrit yang merupakan potensial yang berbahaya. LTO memiliki potensial kerja sebesar 1,55 V dan lithium mangan oxide (LMO) yang memiliki potensial kerja sekitar 4 V. Oleh karena itu, sel dengan LTO yang dipasangkan dengan LMO akan menghasilkan tegangan tinggi sekitar 2,5 V.

Tak berhenti sampai disitu, LTO juga menunjukkan kemampuan yang baik dengan beberapa ribu siklus perputaran dan masih mempertahankan lebih dari 80% dari kapasitas awal, ketika baterai diturunkan dibawah 80% dari yang sebelumnya

maka kapasitas itu dianggap sebagai kelemahan baterai tersebut). Umur panjang dipandang sebagai faktor sebagai yang sangat penting ketika memproduksi baterai. Ini dipandang sebagai salah satu keuntungan yang kuat dari bahan LTO, sangat cocok untuk kendaraan *hybrid* yang siklus baterainya sangat banyak. Selanjutnya sifat yang menjadi bahan tak-teregang (no-l-regangan) membuat LTO menjadi salah satu bahan anoda dengan kemampuan tingkat tertinggi yang ada. (Priyono, 2015)

c. NaLTO (LTO *ter-doping* Natrium)

NaLTO merupakan sebuah senyawa hasil rekayasa dari LTO, yaitu dengan *doping* LTO dengan atom natrium. hal ini dimaksudkan untuk mengatasi tegangan kerja LTO yang tinggi. Hasil dari perlakuan ini menunjukkan, bahwa pada 1 mol sintesis dengan *doping* Natrium (Na). Menunjukan terjadinya perubahan pada struktur pada hasil XRD. Ketika 1 mol Li-ion disubstitusikan dengan ion-ion Na, hal ini membentuk 3 fase kristalin baru pada sampel, yaitu $\text{NaLiTi}_3\text{O}_7$ dengan struktur orthorombik dan Li_2TiO_3 serta $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$. Ketiga fasa ini terbentuk oleh karena ion Na memiliki jari-jari lebih besar dari ion Li, jadi hanya sebagian ion-ion Na yang dapat masuk dalam struktur LTO (dalam $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$).

Sedangkan untuk hasil uji coba kinerja material sebagai elektroda baterai menunjukan, penambahan ion Na menyebabkan perbedaan tegangan kerja yang berbeda dengan LTO yaitu 1,3 V dimana LTO memiliki tegangan kerja 1,55 V pada hasil CV. Dan untuk hasil dengan CD menunjukan *doping* Na menyebabkan

penurunan kapasitas dan memperburuk stabilitas siklus. Dimana kapasitas bahan aktif LTO dengan doping Na adalah 60 mAh/g (Priyono, 2015).

B. Proses Pembuatan

1. Metalurgi Serbuk

Metalurgi serbuk adalah suatu proses yang mencakup pembuatan bahan komersil dari serbuk logam melalui penekanan. Proses ini dapat disertai milling, penekanan dan pemanasan. Selama proses penekanan atau sesudahnya disebut sinter, menghasilkan pengikat partikel halus. Dengan demikian kekuatan dan sifat fisis lainnya meningkat. Produk hasil metalurgi serbuk dapat terdiri dari produk campuran serbuk berbagai logam atau dapat berupa bahan bukan logam untuk meningkatkan ikatan partikel dan mutu benda secara keseluruhan. Ukuran serbuk, partikel, bentuk dan distribusi logam mempengaruhi karakteristik dan sifat fisis dari benda yang dimanfaatkan, serbuk dibuat menurut spesifikasi antara lain bentuk, kehalusan, distribusi ukuran, mampu alir, berat jenis dan sifat sinter (Amstead, 1995).

2. Kalsinasi

Kalsinasi merupakan proses penghilangan kandungan air kristal atau inherent moisture pada suatu bubuk. Temperatur yang digunakan dalam proses ini harus lebih tinggi dari proses pengeringan (drying), tapi tidak melebihi temperatur lelehnya, dan juga tanpa adanya penambahan reagen (binder aditif). Proses kalsinasi ini sering disebut juga proses dekomposisi termal. Artinya pemanasan pada suhu tinggi yang

akan menyebabkan terurainya suatu senyawa dan akan membentuk senyawa baru yang lebih kompleks.

Proses kalsinasi terdiri dari 3 tujuan utama.

- a. Tujuan pertama adalah untuk menghilangkan air yang diserap sebagai air kristal atau air konstitusi.
- b. Tujuan kedua adalah untuk menghilangkan CO_2 , SO_2 dan zat volatile lainnya.
- c. Tujuan ketiga adalah oksidasi zat sepenuhnya atau sebagian. Kalsinasi juga dilakukan dalam proses pembakaran, di bawah titik didih zat. Aplikasi yang paling umum, di mana proses kalsinasi dilakukan, adalah dekomposisi CaCO_3 ke CaO dan CO_2 untuk menghasilkan semen. (Anonim, 2014)

3. Sintering

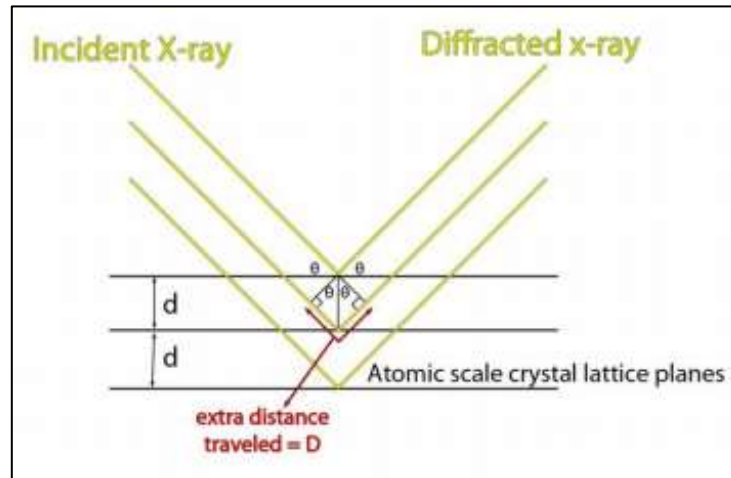
Sintering adalah teknik pengolahan yang digunakan untuk memproduksi kerapatan atau densitas yang dikendalikan bahan dan komponen dari logam atau bubuk keramik dengan menerapkan energi panas. Oleh karena itu, sintering dikategorikan dalam elemen sintesis/pengolahan antara empat elemen dasar ilmu dan teknik material. Dalam pengembangan ilmu bahan, sintesis material dan pengolahan telah menjadi penting dalam beberapa tahun terakhir, pentingnya sintering meningkat sebagai teknologi pengolahan material. Sintering adalah salah satu teknologi manusia tertua, yang berasal dari era prasejarah dengan penembakan tembikar. Produksi alat

dari besi spons juga dibuat mungkin dengan sintering. Namun demikian, itu hanya setelah tahun 1940-an sintering yang dipelajari fundamental dan ilmiah. (Kang Suk-Joong L, 2005).

C. Uji Eksperimen

1. Karakterisasi *X-Ray Diffraction* (XRD)

X-Ray Diffraction atau biasa dikenal uji XRD merupakan metode analitik dalam kristalografi yaitu untuk menentukan struktur kristal, dan pada saat ini bisa juga digunakan untuk mendapatkan informasi kristal lainnya seperti parameter sel, distorsi, tensi, dan ukuran kristal dapat diperoleh melalui uji XRD. Prinsip kerja dari analisa XRD adalah pertama-tama sinar X-ray yang menghantam sampel akan dihamburkan ke segala arah oleh atom-atomnya. Sinar hambur oleh tiap atom yang berbeda tetapi dalam arah yang sama akan menempuh jarak yang berbeda ketika mencapai sebuah detektor sehingga fasa kristalin dapat ditentukan. Hamburan ini akan menimbulkan *noise* dan menimbulkan getaran yang merupakan *noise* yang timbul dari gelombang yang tersebar tersebut. Dalam sampel cair, posisi atom benar-benar acak dan oleh karena itu hamburan yang dihasilkan juga akan acak. Ini akan menimbulkan sinar samar di sekitar detektor jika detektor diposisikan di belakang sampel sehubungan dengan sinar yang masuk. Tetapi ketika sinar Xray menyentuh sampel kristal, pantulan hanya terjadi pada sudut-sudut yang ditentukan (Nord, 2013). Pada Gambar 4 memperlihatkan pemantulan sinar-X oleh kisi kristal.



Gambar 4. Sinar yang datang terdifraksi oleh bidang atom.

Dalam kristal sempurna semua atom ini membentuk sejumlah kisi-kisi virtual, dengan jarak yang diberikan di antara mereka. bidang-bidang ini merefleksikan sinar-X yang masuk secara teratur. Jarak yang ditempuh antara gelombang yang dipantulkan dari dua bidang yang berdekatan dilambangkan D , seperti yang dapat dilihat pada Gambar.4 dan nilai d merupakan sisi miring dari milik dua buah segitiga siku-siku yang identik dan karenanya hubungan antara sudut dan panjang d dapat dinyatakan dengan (Nord, 2013). Persamaan 1 memperlihatkan hubungan antara keduanya.

$$D = 2d \sin \theta$$

Pers. (1)

2. *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Analisa spektrum inframerah (IR) memberikan informasi apakah molekul ada dalam sampel dan bagaimana konsentrasinya. Ada beberapa tipe IR spektroskopi, tetapi lebih luas digunakan salah satunya adalah FTIR. Agar mampu membandingkan perbedaan tipe spektrometer untuk tiap lainnya, perlu dihitung kualitas spektral. Salah satu yang sudah biasa disebut rasio *signal-to-noise* dari puncak (SNR). Salah satu keunggulan menggunakan FTIR Atom-atom di dalam suatu molekul tidak dapat diam melainkan bervibrasi (bergetar). Ikatan kimia yang menghubungkan dua atom dapat dimisalkan sebagai dua bola yang dihubungkan oleh pegas (Kristianingrum , Handout FTIR)

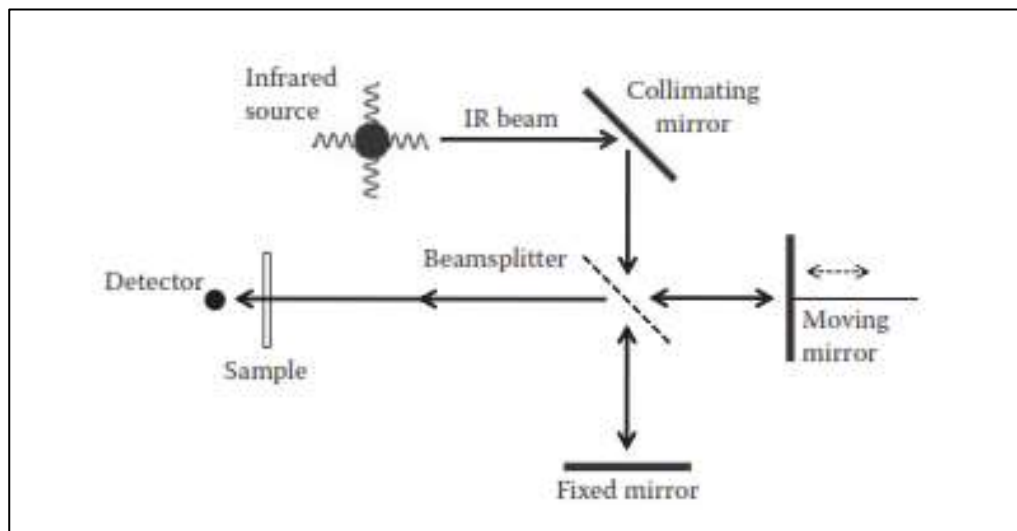
Spektrum IR menampilkan respon dari detektor yang dinyatakan dalam persen transmitansi (%T) pada sumbu y , dan frekuensi IR dalam bentuk bilangan gelombang (cm^{-1}) pada sumbu x , seperti yang ditunjukkan pada Gambar 5. Tanggapan detektor menunjukkan sejauh apa interaksi radiasi elektromagnetik IR dengan sampel karena transmisinya sebanding dengan intensitas yang dihasilkan dari radiasi IR yang mencapai detektor setelah melewati sampel. Dua jenis interaksi pada FTIR adalah penyerapan dan transmisi, sehingga keduanya sangat penting dalam percobaan IR. Ketika molekul dalam sampel terkena sumber radiasi kontinyu IR, unit energi diskrit foton yang diserap oleh molekul tidak mencapai detektor. Spektrum IR menggambarkan foton yang hilang ini, atau IR yang di-absorpsi. Foton yang tidak diserap oleh sampel ditransmisikan ke detektor pada dasarnya tidak berubah. Untuk

suatu panjang gelombang yang diberikan atau frekuensi radiasi IR yang mencolok contoh, dua interaksi ini berbanding terbalik dengan persamaan berikut (Derrick, 1999). Persamaan 2 memperlihatkan hubungan antara keduanya. Dan Gambar 6 memperlihatkan contoh hasil uji FTIR.

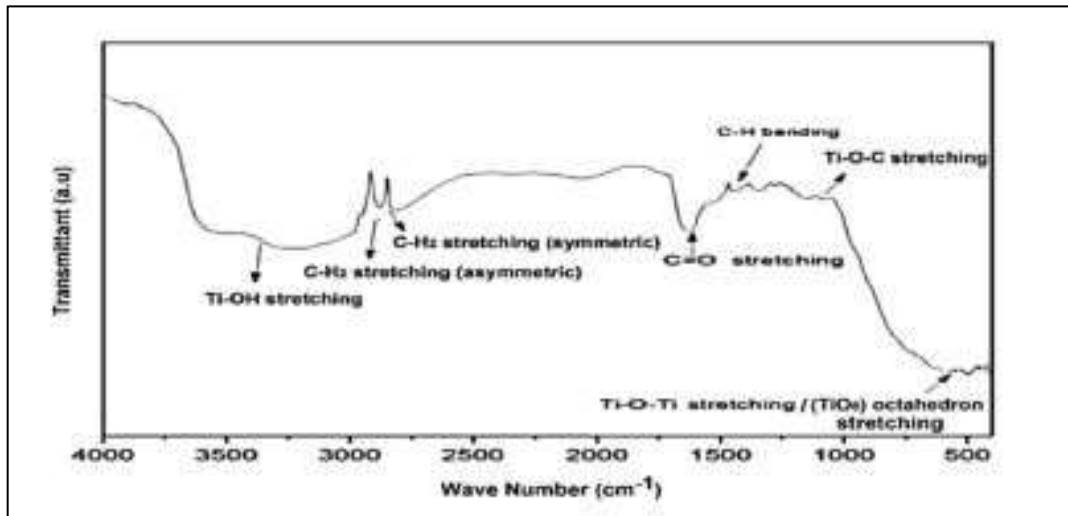
$$A = \log 1/T$$

Pers. 2

dimana: A = absorbansi dan T = transmitansi (% T / 100).



Gambar 5.. Diagram optik Michelson Interferometer (Smith, 2011).

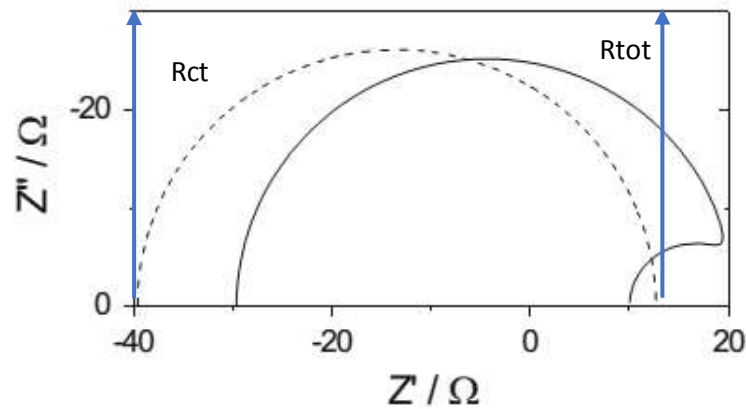


Gambar 6. Contoh analisa FTIR sumbu x menggambarkan wavenumber

3. *Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS)*

EIS menggunakan alat yang dikembangkan dalam teknik elektro untuk menganalisis rangkaian listrik. Dasar-dasar matematika EIS diletakkan oleh Heavisid, yang mengembangkan kalkulus operasional dan transformasi Laplace, memperkenalkan diferensiasi, s , dan integrasi, $1/s$, operator. Diffensial tersebut memungkinkan untuk memecahkan integrodifferential persamaan muncul dalam solusi sirkuit listrik, dengan mentransformasi persamaan tersebut ke dalam sistem persamaan aljabar. Heaviside mendefinisikan impedansi Plot total dan impedansi farad. Pada potensial negatif, dua setengah lingkaran diamati pada plot bidang kompleks, sedangkan pada potensi positif, di mana terjadi penurunan, resistensi negatif sesuai dengan loop frekuensi rendah muncul. (Lasia, 2014) Gambar 7

memerlihatkan hubungan antara impedansi real (sumbu horizontal) dan impedansi imajiner (sumbu vertikal).



Gambar 7 Plot non-faradaik (garis kontinyu) dan faradaik (garis samar) bidang kompleks impedansi pada $E=0,1$.

R_{ct} adalah resistansi saat elektroda mulai merespon arus dan R_{tot} adalah resistansi maksimal untuk elektroda menyimpan muatan. Untuk menentukan besar konduktivitas menggunakan persamaan sbb:

$$\sigma = \frac{t}{A R_{tot}}$$

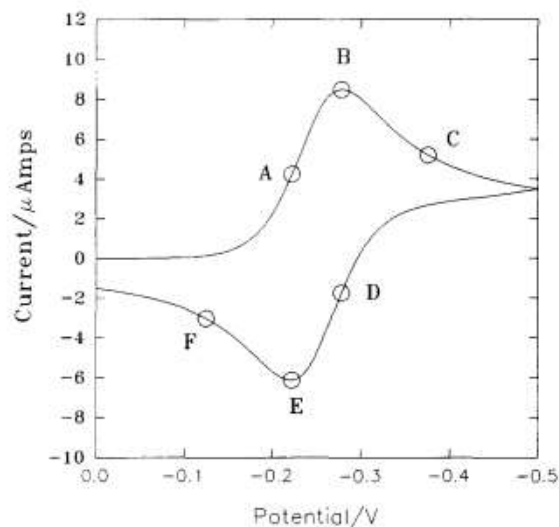
Pers. (3)

Dimana σ adalah konduktivitas, t adalah ketebalan elektroda, A adalah Luas permukaan elektroda, dan R_{tot} adalah resistansi total atau hambatan dalam pada baterai.

4. *Cyclic Voltammetry (CV)*

Uji CV dilakukan dengan sel baterai diberikan tegangan atau potensial dan mengamati perubahan arus atau kapasitas yang timbul. Dalam pengujian, karena potensial melewati potensial reduksi, fasa teroksidasi diubah menjadi fasa tereduksi dalam proporsi konsisten dengan persamaan nerst. karena potensial menyapu cepat, bagian yang teroksidasi habis di dekat elektroda. sebagai konsekuensi dari penipisan ini, cyclicvoltammograms memiliki bentuk puncak, berbeda dengan gelombang polarographic sigmoidal yang familiar. CV sigmoidal dapat menjadi indikasi regenerasi katalitik reaktan dekat elektroda. puncak yang dihasilkan dari proses reduksi disebut arus puncak katodik; menurut konvensi 28,5 mV negatif ke E^0 (pada 25 °C). Pada saat potensial *switching*, arah potensial *sweep* dibalik. arus puncak anodik negatif diamati karena potensial tersapu melewati E^0 (transfer elektron berada dalam arah yang berlawanan). Akurasi puncak anodik sekitar 28,5 mV positif dari E^0 (nilai yang tepat sangat sedikit bergantung pada potensial *switching*). perhatikan bahwa petrubasi utama pada konsentrasi awal Oksidasi dan reduksi terletak dalam rata-rata difusi persegi panjang $X_D = (2D \times \text{waktu})^{1/2}$, yaitu sekitar 45 μm untuk eksperimen ini - besar berkenaan dengan ketebalan lapisan ganda . (Gosser, 1993). Jika diperhatikan pada Gambar 8, ada 6 buah titik yang ditandai masing-masing dengan alfabet besar. Pada A menunjukkan terdeteksinya reaksi pada anoda, pada B merupakan puncak dari reaksi anoda, dan pada C reaksi pada anoda menuju batas reaksi

anoda. Sedang pada saat sumber tegangan dibalik, pada D mulai terjadi reaksi pada katoda, pada E merupakan puncak reaksi pada katoda, dan pada F pada anoda menuju batas reaksi katoda.



Gambar 8. Respon arus dan profil konsentrasi korespondensi (A-F) untuk CV yang responsible (Gosser, 1993).

Jika pada sistem redoks tetap ada kesetimbangan di seluruh pemindaian potensial, proses redoks dikatakan reversibel (Kesetimbangan diperlukan bahwa konsentrasi permukaan oksidasi dan reduksi dipertahankan pada nilai-nilai yang diperlukan dalam persamaan Nerst). Nilai parameter berikut digunakan untuk mengkarakterisasi siklus voltammogram dari proses reversibel.

- Pemisahan potensi puncak $\Delta E_P (= E_{PC} - E_{PA})$ pada semua *scan rate* pada 25 °C.
- Rasio puncak arus $= i_{PA}/i_{PC} = 1$ pada semua *scan rate*.

- c) fungsi puncak arus $i_p/v^{1/2}$ (v = kecepatan pindai) tidak bergantung pada v (lihat persamaan untuk arus puncak). Puncak arus i_p yang diberikan oleh persamaan.

5. Uji *Charge/Discharge*.

Charge/Discharge atau disingkat CD adalah suatu uji untuk mendapatkan performansi sebuah baterai maka diperlukan pengujian charge/discharge sehingga akan didapatkan besar kapasitas sel baterai. Baterai lithium sekunder memiliki pola pengisian yang agak berbeda dengan baterai lainnya. CD terdiri dari 3 tahapan. tahap 1: baterai diisi dengan sumber arus tetap, tahap 2: baterai diisi dengan sumber tegangan tetap. tahap 3: baterai diisi dengan sumber tegangan tetap. (Achmad, 2011).

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan selama 3 bulan, dimulai satu bulan pertama pada 14 Januari-14 Februari 2018 dilanjutkan 2 bulan dari 8 Maret-30 April 2018 di Pusat Penelitian Fisika (PPF) Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Puspiptek Serpong.

B. Alat dan Bahan Penelitian

Berbagai bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah

1. LiOH(H₂O) berfungsi sebagai material bahan aktif (bahan Anoda).
2. NaHCO₃ material bahan aktif.
3. TiO₂ berfungsi sebagai material bahan aktif.
4. ZrO₂ berfungsi sebagai doping.
5. Aseton berfungsi untuk men-steril-kan alat-alat yang digunakan.
6. PVDF (*polyvinylidene flouride*) berfungsi sebagai polimer pengikat (*binder*).
7. *N,N Dimerthylacetamide* (N,N-DMAC) berfungsi sebagai pelarut bahan PVDF.
8. Super p berfungsi sebagai karbon konduktif.
9. Separator berfungsi untuk mencegah terjadinya hubungan singkat antara Katoda dengan Anoda.
10. Litium Metal berfungsi sebagai Katoda pada pengujian baterai ½ sel

11. Cu foil berfungsi sebagai *current collector* dalam lembar Anoda.

Sedangkan, alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah

1. Cawan berfungsi sebagai wadah untuk pengukuran takaran bahan.
2. Neraca Digital (1 unit) untuk mengukur massa dari bahan.
3. Spatula berfungsi untuk mengambil dan mengaduk bahan.
4. Penggerus/motor (1 unit) untuk melakukan proses pencampuran dan *milling*.
5. Plastik sampel untuk menaruh bahan tiap selesai proses dan memberikan sampel uji jika dibutuhkan.
6. Ayakan 400mesh (1 buah) harus bersih dan kering untuk menyeleksi ukuran material.
7. *Furnace high temperature* (1 unit).
8. Gelas ukur (1 buah) sebagai wadah pembuatan *slurry*.
9. Pipet tetes untuk mengambil bahan berupa cairan.
10. Wadah/piring (1 buah) harus bersih dan kering untuk menampung hasil ayakan.
11. *Magnetig stirrer* untuk menghomogenkan campuran bahan dengan pengaduk.
12. *Hot Plate* untuk mempercepat proses homogenisasi dengan memanaskan campuran.
13. Jepitan untuk menjepit bahan jika dibutuhkan.
14. *Crucible* sebagai wadah untuk melakukan proses kalsinasi dan *sintering*

15. *Furnice KSL-700* (1 unit) alat untuk memulai proses kalsinasi dan *sintering*.
16. *Doctor Blade Coater Film* untuk pelapisan *slurry* pada Cu-foil disertai pisau untuk menentukan ketebalan pelapisan.
17. Tisu secukupnya untuk membersihkan peralatan yang akan/selesai dipakai.
18. Masker (1 buah) sebagai peralatan keselamatan labor.
19. Sarung tangan (1 pasang) sebagai peralatan keselamatan labor.
20. Koin sel (5 biji untuk 5 sampel uji baterai).
21. Lipatan kasa (1 buah) untuk masing-masing koin sel
22. Oven biasa (1 buah) untuk mengeringkan alat.
23. Multimeter untuk mengukur tegangan sel baterai.
24. *Glover Box* untuk melindungi operator terhadap bahan berbahaya dalam melakukan *ansembling* sel baterai.
25. XRD untuk mengetahui struktur kristal material aktif.
26. FTIR untuk mengetahui gugus fungsional dari bahan.
27. CV untuk mengamati proses reduksi-oksidasi sel baterai.
28. CD untuk mengetahui kapasitas baterai.
29. EIS untuk mengetahui konduktivitas dan difusi ion litium pada material aktif Anoda.

C. Teknik Pengambilan Data

1. Variabel-variabel Penelitian

Dalam penelitian ini terdapat beberapa variabel-variabel. Variabel bebas pada penelitian ini berupa konsentrasi dari atom pendoping. Variabel terikat pada penelitian ini adalah berupa kuat arus listrik pada uji CV, kapasitas spesifik pada uji CD, dan konduktivitas pada uji EIS. Untuk variabel kontrol pada penelitian ini adalah Massa bahan aktif, perbandingan komposisi dalam membuat lembaran elektroda, ketebalan elektroda yang diujikan.

2. Tahap-tahap Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan beberapa tahap yakni :

a. Persiapan

Tahap ini merupakan tahap awal yang meliputi perhitungan menentukan takaran masing-masing bahan, menyediakan bahan-bahan dan alat yang digunakan untuk penelitian ini, menentukan metode untuk mensintesa, serta mengurutkannya. Selama proses pembuatan bahan aktif dibutuhkan sarung tangan dan masker sebagai alat keamanan.

b. Analisis Reaksi

Pada penelitian ini bahan-bahan yang digunakan adalah $\text{LiOH}(\text{H}_2\text{O})$, NaHCO_3 , TiO_2 , dan ZrO_2 . Dengan reaksi awal untuk membuat sodium-titanat dengan $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$, NaHCO_3 , dan TiO_2 , dengan ZrO_2 ditambahkan sebagai pen-

doping sehingga menghasilkan senyawa $Na_2Li_2Ti_{6-x}Zr_xO_{14}$ dengan nilai $x = 0; 0,05; 0,1$.

c. Penimbangan Bahan

Pada penelitian ini bahan ditimbang sesuai dengan yang sudah dihitung sebelumnya. Banyaknya sampel yang diinginkan adalah sebanyak 1 sampel untuk tiap variasi. Proses penimbangan dilakukan satu demi satu menggunakan timbangan atomik. Proses penimbangan harus dilakukan secara teliti untuk mendapatkan bahan aktif yang terbentuk keseluruhan.

d. Pencampuran

Bahan-bahan yang sudah ditimbang kemudian dicampur. Proses pencampuran dilakukan 3 kali satu demi satu dan harus steril sebab bahan aktif yang dibuat sangat reaktif, maka sebelum memulai pencampuran alat yang digunakan selama proses harus dicuci bersih dan dikeringkan. Alat yang dibutuhkan selama mencampur yaitu penggerus/motor dan sebuah spatula. Kedua alat ini dibersihkan dengan dicuci dengan air hingga tidak ada lagi bekas dari pemakaian sebelumnya kemudian dikeringkan dalam oven, atau bisa juga dengan mengeringkan dengan tisu lalu dibersihkan kembali dengan cairan aseton.

e. Tahap kalsinasi

Proses kalsinasi adalah dimana bahan-bahan yang sudah dicampur dan digerus dipanaskan pada temperatur tinggi dimana suhu dijaga dibawah titik leleh tanpa ditambahkan reagen. Kalsinasi bertujuan untuk menghilangkan senyawa CO_2 dan air dengan tujuan mengubah senyawa karbon menjadi senyawa oksida

dengan terjadinya dekomposisi. Proses ini dilakukan dalam High Temperature Furnace pada suhu 700°C dengan ditahan selama 2 jam.

f. *Milling dan Sintering*

Milling adalah tahapan dimana material dihaluskan menjadi butir kecil hal ini bertujuan untuk membuat hasil dari proses *sintering* lebih melekat. *Sintering* sendiri yaitu, pemanasan material atau bahan dengan memanasi tidak sampai titik lelehnya tujuannya untuk memperbaiki struktur atau kualitas dari material tersebut. Terdapat lima tahap ketika proses *sintering* dilakukan, pertama evaporasi-kondensasi dimana butiran akan mengalami pelekatan dan pengkasaran. Kedua *surface diffusion* dimana atom menyebar pada permukaan. Ketiga *volume diffusion* dimana massa bergerak dari permukaan ke leher area dan massa bergerak dari batas butir ke leher area. Keempat penyebaran atom dari daerah leher ke permukaan butir. Kelima *viscous or creep flow* yaitu laju pergerakan dan pengentalan atom). Sama halnya dengan proses kalsinasi, proses ini juga dilakukan dalam High Temperature Furnace pada suhu 800°C dengan ditahan selama 8 jam.

g. Uji XRD dan FTIR

Hasil dari sintesis diambil sebagian dan diuji serbuk. Uji serbuk yang dilakukan yakni, uji XRD dan uji FTIR. Uji XRD bertujuan melihat struktur jaringan dari material hasil sintesis tersebut dan uji FTIR dimaksud untuk melihat pola dari getaran gugus fungsional dari material hasil sintesis tersebut. Kedua hasil XRD dan FTIR di bandingkan untuk masing-masing sampel untuk melihat

perbedaan dari struktur jaringan ketika ada atau tidak adanya atom Zr sebagai pendoping.

h. Pembuatan Sampel Lembaran

Sembelumnya sampel bahan aktif hasil sintesis di-*milling* untuk memperoleh bahan aktif yang halus kemudian diayak dengan ayakan. Maksud dari pada tahapan ini bahan aktif perlu dibuat kedalam bentuk lembaran agar dapat melanjutkan ke uji baterai. Pada tahapan ini bahan aktif dicampur dengan PVDF dan Carbon Black super p. Perbandingan dari bahan aktif, PVDF, dan super p yakni 85:5:10 dengan proses pencampuran dilakukan dalam DMAC. Setelah didapat hasil campuran yang tidak terlalu kental.

i. Tahap Coating

Setelah selesai di-*slurry* kemudian dilanjutkan dengan membuatnya menjadi bentuk lembaran. Alat digunakan yaitu Doctor Blade dengan pengaturan ketebalan bahan 200 mikron, hasil slurry dilapiskan pada Cu foil yang berfungsi sebagai *current collector*. Permukaan Cu Foil dilap dengan menggunakan tisu yang dibasahi dengan aseton untuk mensterilkan permukaan Cu Foil. Setelah slurry dituang diatas Cu foil dan diratakan dengan doctor blade. Kemudian lembaran yang masih basah dikeringkan selama kurang lebih satu jam pada suhu 60°C, dikarenakan *drying box* yang digunakan performanya kurang bagus maka hasil coating diangin-anginkan selama beberapa menit sebelum dikeringkan dengan menggunakan *drying box*.

j. Tahap *Ansemling*

Lembaran tersebut digunting membentuk lingkaran dan separator juga dengan ukuran yang sama. Kemudian dilakukan *assembly* menggunakan coin cell didalam *glove box*. Elektrolit yang digunakan adalah LiPF_6 dengan elektroda pasangannya adalah Litium metal.

k. Uji EIS

EIS merupakan metode untuk mengetahui proses yang terjadi pada elektroda dengan mengukur perubahan impedansi dan memplot fungsi tersebut kedalam bentuk kompleks. Spektroskopi impedansi elektrokimia dapat mengukur nilai arus dan mengetahui respon lain yang terjadi ketika diterapkan potensial tertentu. Respon elektrik akan memberikan perubahan impedansi pada permukaan antara elektrolit dan elektroda. Ketika elektroda (permukaan logam) dimasukkan kedalam elektrolit, muatan listrik pada elektroda menarik ion muatan yang berlawanan dari elektrolit sehingga terjadi penyerahan (polarisasi) muatan. Terjadi polarisasi menyebabkan adanya lapisan antara elektroda dan elektrolit disebut electrical double layer (Leiden, 2002)

l. Uji CV

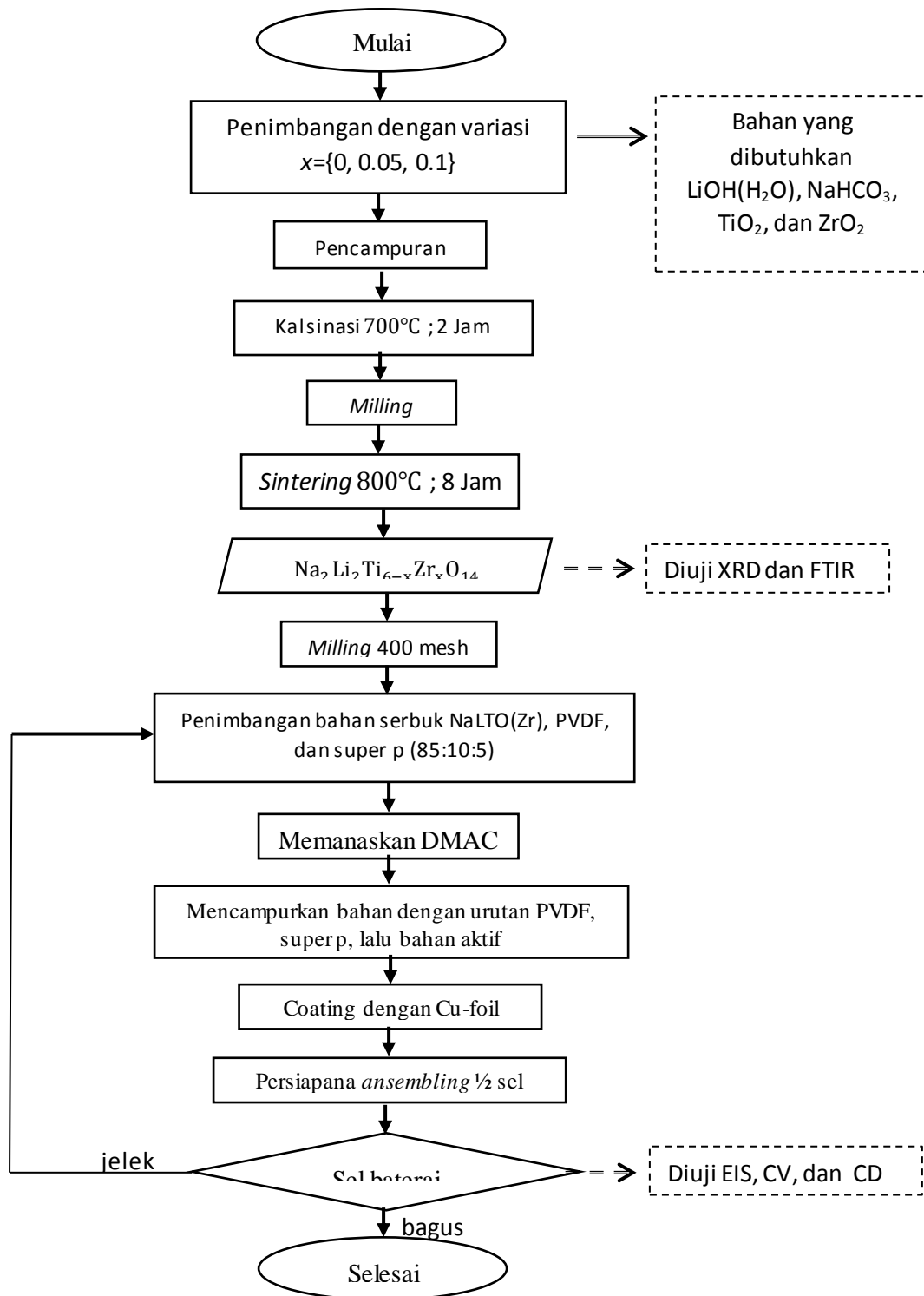
Cyclic Vammetry merupakan teknik digunakan untuk mendapatkan informasi tentang reaksi elektrokimia (reduksi-oksidasi). *Cyclic Vammetry* diperoleh dari scan potensial melawan rapat arus dengan berbagai kecepatan scan. Dari CV didapatkan beberapa nilai parameter penting seperti potensial puncak Anoda

(E_{pa}), potensialal puncak Katoda (E_{Pc}), puncak arus Anoda (i_{pa}), puncak arus Katoda (i_{pc}) dan potensialal setengah gelombang (E_{1/2}).

m. Uji CD

Uji *charge/discharge* dilakukan untuk melihat kinerja sebuah baterai sehingga akan didapatkan besar kapasitas atau kapasitas spesifik suatu sel baterai. Uji CD menampilkan grafik hubungan antara kapasitas spesifik elektroda dan voltase.

D. Diagram Alir tahap Penelitian



Gambar 9. Diagram alir penelitian.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Setelah menyintesis material dengan metode metalurgi serbuk untuk memperoleh $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ Kemudian diuji dengan beberapa metode uji. Pertama uji pada saat material masih berupa serbuk, sampel tersebut disisihkan sedikit lalu kemudian dianalisa fasa dan struktur kristalnya dengan menggunakan XRD dan juga FTIR untuk mengetahui gugus fungsional untuk mendukung hasil uji XRD. Sambil menunggu hasil XRD dan FTIR selesai diuji lab, kemudian bahan yang tidak disisihkan untuk XRD dan FTIR kemudian dilakukan pembuatan sampel menjadi lembaran yaitu dengan *coating* pada lembar Cu untuk bahan anoda dan Al untuk bahan Katoda. Prng-*coating*-an Cu pertama-tama menarik perbandingan PVDF:Super p:Bahan Aktif pada takaran masing-masing 5:10:85 dengan acuan bahan aktif yang digunakan adalah sebanyak 1 gram, jadi untuk lebih jelas akan perbandingannya adalah sekitar 0.0588 gram : 0.1176 gram : 1 gram. Pencampuran ketiga bahan ini dilakukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* dengan settingan alat kecepatan 3 MDT pada suhu *hot plate* 70°C dan pencampuran dilakukan perbahan kedalam pelarut DMAC dengan jeda waktu mencampurkan 15 menit setelah bahan sebelumnya dicampurkan. Setelah bahan berhasil dicampur kemudian bahan hasil campuran tersebut dicoating dengan menggunakan Doctor Blade Film Coater dengan setting kecepatan 5 satuan kecepatan pada alat. Selanjutnya dikeringkan pada *dry box* dengan setting suhu 60°C untuk anoda dan 70°C untuk katoda. Dikarenakan kondisi *dry box* yang digunakan kurang bagus

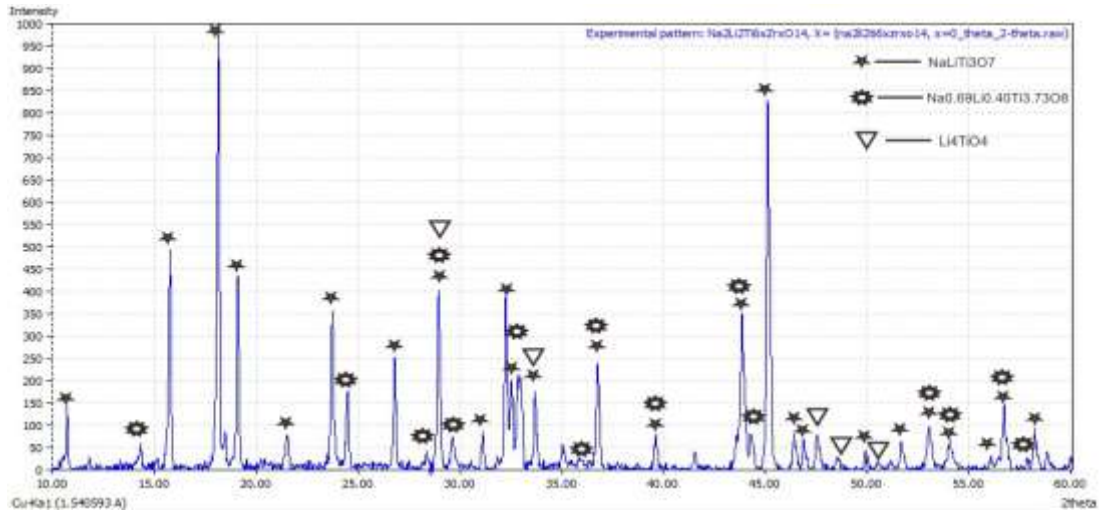
performanya, maka dianjurkan sebelum penutupnya ditutup hasil coating perlu didiamkan pada suhu kamar untuk menghindari hasil lembaran yang kurang bagus. Setelah kering lembar anoda selanjutnya dibentuk menyerupai koin sel dengan diameter 16mm dan kemudian diansembling dengan katoda (Litium metal), separator dan elektrolit didalam *glove box*. Litium metal yang sangat sensitif terhadap berbagai macam gas, maka sebelumnya bagian dalam *glove box* perlu di-*vacuum*. Setelah koin sel selesai diansembling maka untuk mengetahui konduktivitas yang dimiliki digunakan uji EIS, selanjutnya untuk mengetahui reaksi oksidasi-reduksi yang terjadi pada kedua elektroda digunakan uji cv, serta menganalisa kapasitas sel baterai pada koin sel digunakan uji CD.

A. Karakterisasi Material Anoda $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$

1. Analisis XRD

Dari hasil XRD setelah dicocokkan dengan menggunakan aplikasi 'MATCH 3!' diduga bahwa fasa yang dominan pada sampel adalah fasa *lithium sodium titanate* atau bisa disebut NaLTO, hal ini diketahui dengan melihat angka yang muncul pada bagian FoM saat menginput data difraksi pada aplikasi ini. Semakin besar nilai FoM yang ditampilkan, maka semakin besar kemungkinan bahwa fasa itu terbentuk berdasarkan program Match 3! ini. Angka pada hanya sebagai patokan saja, sebab saat *RAW-data* hasil XRD diproses software dengan versi yang berbeda angka FoM yang muncul juga berbeda pula. Perbedaan angka yang ditampilkan oleh versi software berbeda kemungkinan pembacaan puncak-puncak yang dipilih untuk memproses data tersebut.

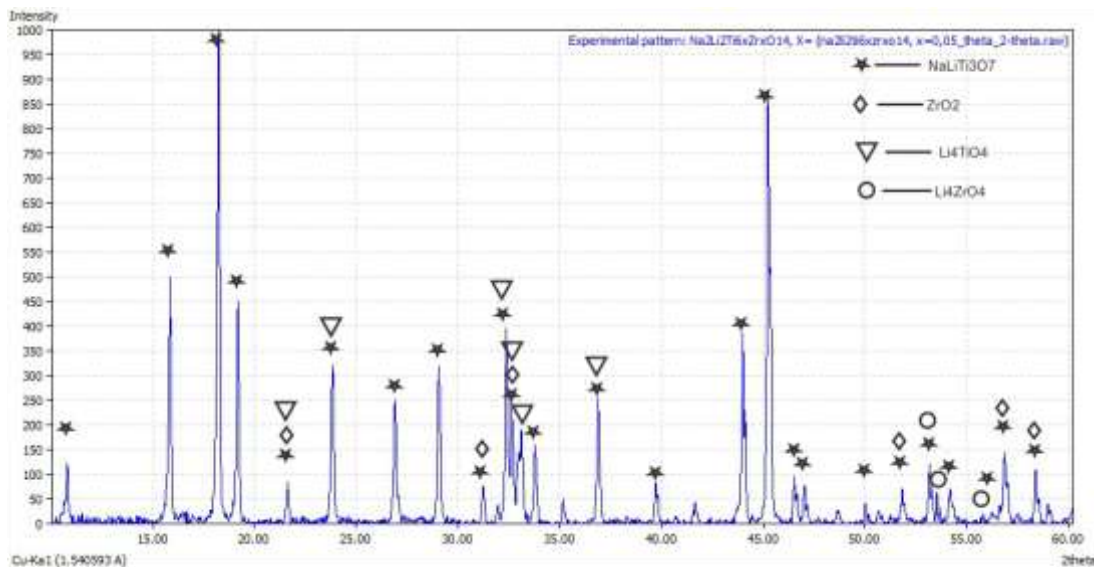
Ketika x bernilai 0, diketahui bahwa fasa NaLTO mendominasi pada sampel. Fasa ini muncul dengan rumus kimia $\text{NaLiTi}_3\text{O}_7$ terdapat di dalam *International Centre for Diffraction Data* (ICDD) nomor 00-052-0690, angka FoM (Figure of Merit) yang muncul adalah sebesar 0,8652. Database pada $\text{NaLiTi}_3\text{O}_7$ tidak secara lengkap diberikan dapat dilihat dengan tidak diberikan nilai I/I_c untuk database ini sehingga perhitungan kuantitas NaLTO tidak bisa dilakukan, oleh karena pemrosesan dengan software ini hanya terbatas pada penentuan fasa dan pengindeksan. Jika diperhatikan puncak-puncak lemah yang muncul yaitu $\text{Na}_{0.69}\text{Li}_{0.40}\text{Ti}_{3.73}\text{O}_8$ terdaftar dalam ICDD nomor 00-053-0387, serta fasa Li_4TiO_4 terdaftar dalam ICDD dengan nomor 00-026-1197, lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 10



Gambar 10. Puncak-puncak difraksi yang muncul pada sampel saat x bernilai 0

Ketika x bernilai 0.05, diketahui bahwa fasa NaLTO masih mendominasi pada sampel dengan x bernilai 0.05. Fasa ini muncul dengan formula kimia $\text{NaLiTi}_3\text{O}_7$

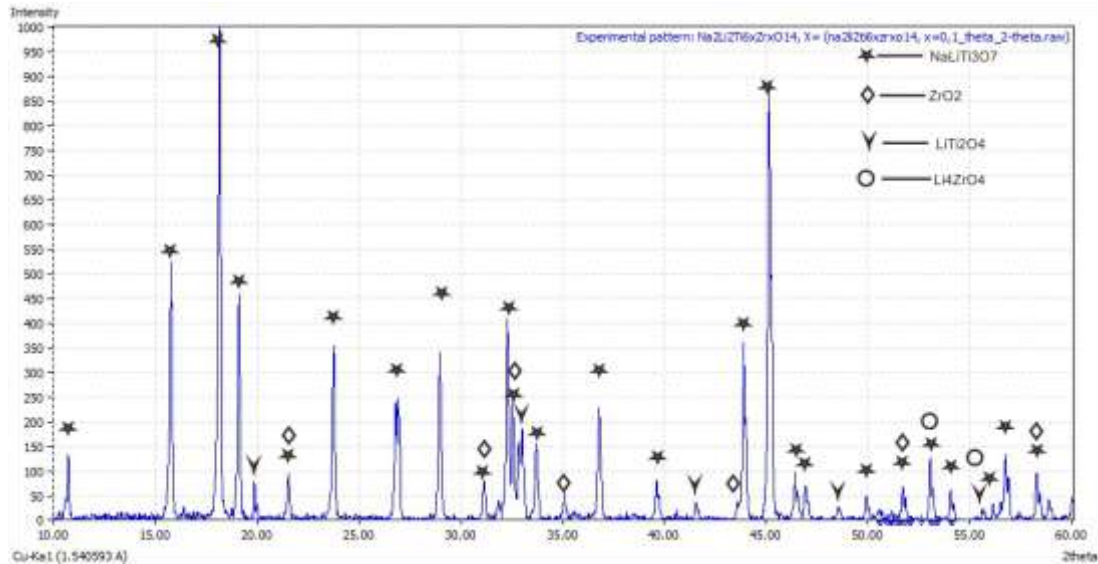
dimasukan dalam ICDD nomor 00-052-0690, angka FoM yang muncul adalah sebesar 0,9074. Diketahui pula fasa lain yang mengisi puncak difraksi sampel ini yaitu ZrO_2 terdaftar dalam ICDD nomor ZrO_2 terdaftar dalam ICDD 01-083-0810, serta fasa Li_4TiO_4 terdaftar dalam ICDD LTO dengan nomor 00-026-1197, lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 11. Dan juga analisa fasa juga dapat dilakukan dengan melihat puncak-puncak yang muncul dalam puncak list yang diberikan sebagai hasil analisa pengujian, seperti yang diperlihatkan pada lampiran.



Gambar 11. Puncak-puncak difraksi yang muncul pada sampel saat x bernilai 0.05.

Ketika x bernilai 0,1, diketahui bahwa fasa NaLTO masih mendominasi pada sampel dengan x bernilai 0.05. Fasa ini muncul dengan formula kimia $\text{NaLiTi}_3\text{O}_7$ dimasukan dalam ICDD nomor 00-052-0690, angka FoM yang muncul adalah sebesar 0,9184. Diketahui pula fasa lain yang mengisi puncak difraksi sampel ini yaitu ZrO_2 terdaftar dalam ICDD nomor ZrO_2 terdaftar dalam ICDD 01-083-0810, serta fasa

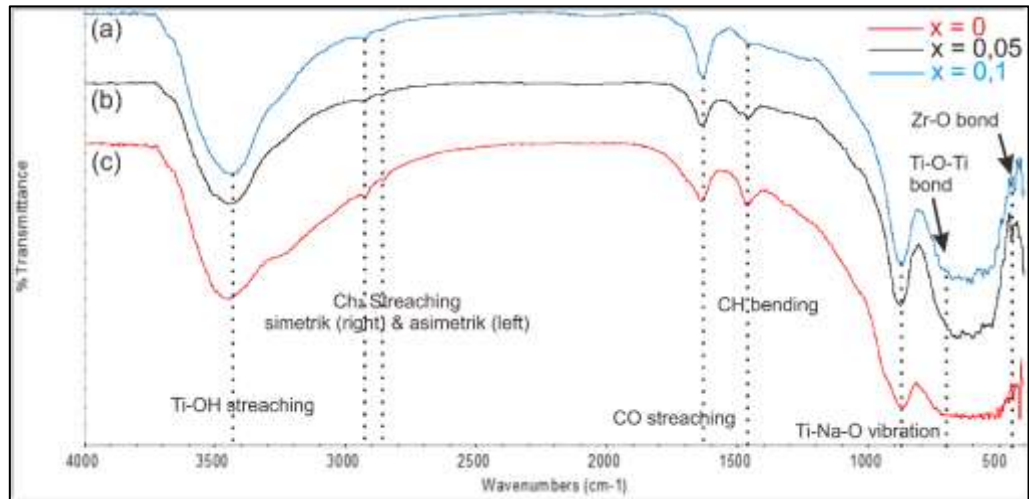
Li_4TiO_4 terdaftar dalam ICDD nomor 00-026-119 dan LiTi_2O_7 dalam ICDD nomor 00-026-1197. lebih jelasnya dapat dilihat pada Gambar 12.



Gambar 12. Puncak-puncak difraksi yang muncul pada sampel saat x bernilai 0.1.

2. Uji FTIR.

Pengujian FTIR adalah untuk mengetahui ada/tidaknya getaran dari gugus fungsional tertentu pada suatu sampel dengan melihat *peak-peak* yang diperlihatkan sebagai hasil uji lab. Gambar 13 menjelaskan ikatan yang muncul serta membandingkan kemunculannya pada masing-masing sampel. Sedangkan Tabel 2. mengidentivikasi *peak-peak* yang muncul berdasarkan *peak list* hasil uji coba lab.



Gambar 13. *Peak-peak* ikatan dalam analisa FTIR; (a) $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ saat $x=0.1$, (b) $x=0.05$, (c) $x=0$.

Seperti yang dapat dilihat pada Tabel 2, Tarte (Fransolet, &Tarte, 1977) menegaskan ikatan Li-O memiliki nilai absorpsi dibawah 500 cm^{-1} . Dalam tabel dapat dilihat bahwa ada beberapa puncak-puncak getaran yang muncul berada dibawah bilangan gelombang 500 cm^{-1} dan puncak-puncak ini diduga merupakan puncak-puncak getaran dari ikatan Li-O. Namun jika diamati dengan lebih teliti bahwa pada bilangan gelombang tepat di dekat 500 cm^{-1} adanya perbedaan yang mencolok ketika di-*doping* dan tidak, sehingga pada puncak-puncak tersebut dapat dikatakan bukanlah ikatan antara Li-O melainkan ikatan lain yang melibatkan Zr. Menurut Lucovsky & Rayner (2000 : 2912) pada bilangan gelombang $\sim 450\text{ cm}^{-1}$ adalah getaran dari Zr-O . jadi Peak antara 500 dan 710 cm^{-1} dihubungkan terhadap getaran Ti-O dan Zr-O-Ti yang mungkin melapisi ikatan CO_3 (Devi, 2011). Jika dilihat pada tabel, bilangan

gelombang yang berada pada rentang tersebut merupakan ikatan Ti-O pada $x = 0$ dengan bilangan gelombang sebesar 559 cm^{-1} . Sedangkan pada nilai $x = 0,05$ dan $0,1$ dapat dikatakan adalah ikatan Zr-O-Ti.

Jacome (Peng, 2010) jenis ikatan pada 450 cm^{-1} dan 668 adalah getaran Ti-O-Ti serta 917 adalah vibrasi dari Ti-O-Na. Jadi untuk data bilangan gelombang yang berada pada ~ 900 kemungkinan besar adalah ikatan Ti-O-Na dan juga ikatannya dapat terbilang cukup kuat dikarenakan puncak getarannya sedikit tajam atau menyempit.

Sedangkan jenis ikatan antara 1000 cm^{-1} sampai dengan 4000 cm^{-1} semuanya menunjukkan *peak-peak* yang sama dengan *peak-peak* pada LTO (Priyono, et al, 2015)

Tabel 2. Puncak-puncak ikatan dalam analisa FTIR berdasarkan profil data.

$x = 0.1$	$x = 0.05$	$x = 0$	Identitas
404.15	-	-	Li-O
418.79	-	420.92	Li-O
436.19	-	443.21	Li-O
450.75	446.05	496.16	Zr-O /Ti-O-Ti
600.67	658.26	559.78	Ti-O-Ti/Zr-O-Ti
873.94	871.32	865.94	Ti-O-Na
-	1454.59	1463.29	C-H
1629.86	1633.76	1640.07	C=O
3439.19	3448.87	3447.94	Ti-OH

B. Pengujian Baterai $\frac{1}{2}$ Sel dengan Anoda $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ Setelah *Coating*

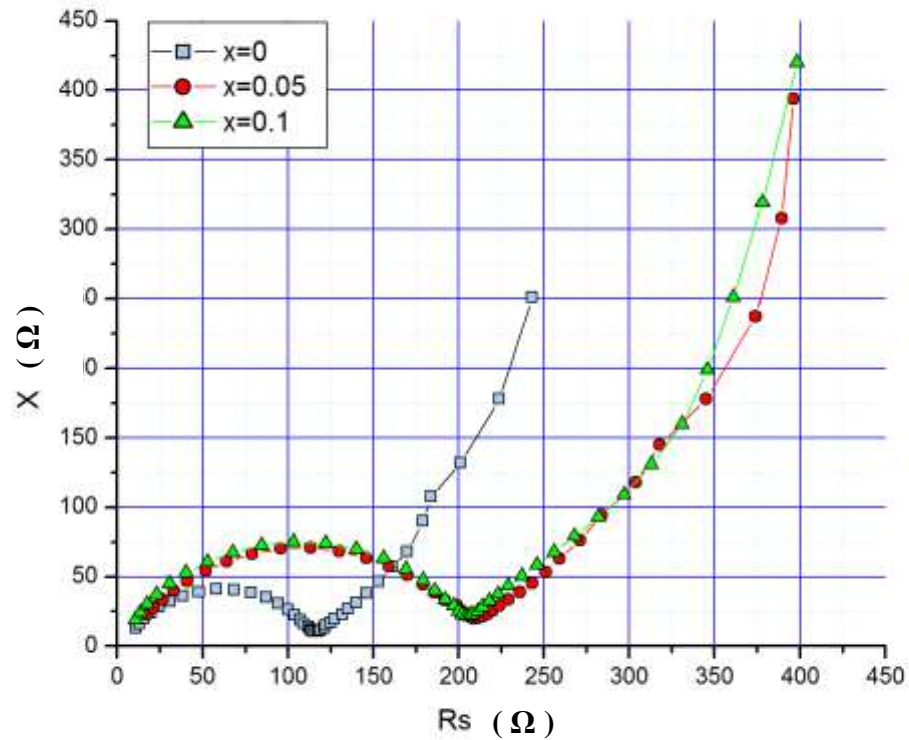
1. Uji EIS

Pengujian EIS dilakukan guna mengetahui besar nilai konduktivitas material aktif pada lembaran anoda pada tiap variasi nilai x terhadap lithium metal yang sebagai katodanya. Dari Tabel 3, dapat dilihat bahwa pada sampel dengan nilai $x = 0$ nilai R_{tot} sebesar sebesar 115,45 Ω dan nilai R_{ct} sebesar 11,014 Ω , setelah dihitung konduktivitasnya adalah sebesar $2,15 \times 10^{-5}$ S/cm. Pada nilai $x = 0.05$ sampel memiliki nilai R_{tot} sebesar sebesar 208,75 Ω dan nilai R_{ct} sebesar 63,937 Ω , setelah dihitung nilai konduktivitasnya didapat sebesar $1,19 \times 10^{-5}$ S/cm. Pada nilai $x = 0.1$ sampel memiliki nilai R_{tot} sebesar 208.82 Ω dan nilai R_{ct} sebesar 40.415 Ω , setelah dihitung nilai konduktivitasnya didapat sebesar $1,22 \times 10^{-5}$ S/cm

Tabel 3. Tabel nilai konduktivitas yang ditunjukkan oleh masing-masing nilai x .

Saat $x =$	R_{ct} (Ω)	R_{tot} (Ω)	σ (S/cm)
0	11.014	115.45	$2,15 \times 10^{-5}$
0.05	63.937	208.75	$1,19 \times 10^{-5}$
0.1	40.415	203.82	$1,22 \times 10^{-5}$

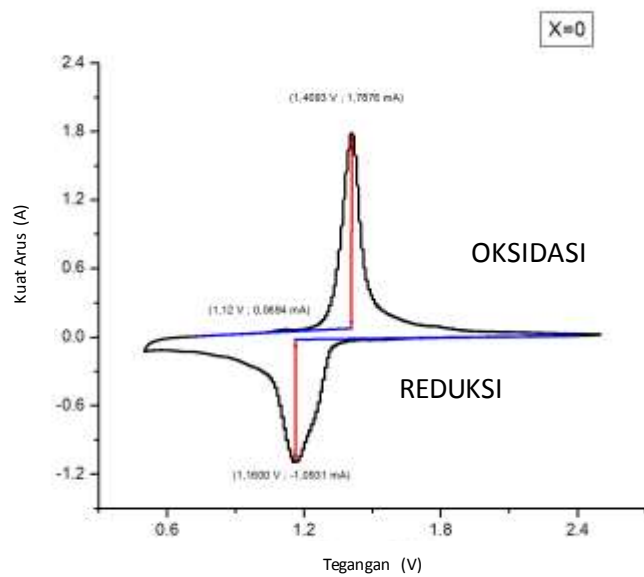
Pada Gambar 14 dapat dilihat dari hasil menunjukkan semicircle fasa tunggal, hasil semicircle yang terlihat melebar adalah saat $x = 0.05$ dan $x = 0.1$ dan semicircle yang lebih kecil adalah pada saat $x = 0$. Dengan penambahan ZrO_2 sampel NaLTO yaitu sampel ketika $x = 0$ dapat dikatakan mengurangi konduktivitas daripada bahan aktif semula, akan tetapi pada nilai $x = 0,05$ semicirlenya sedikit lebih lebar.



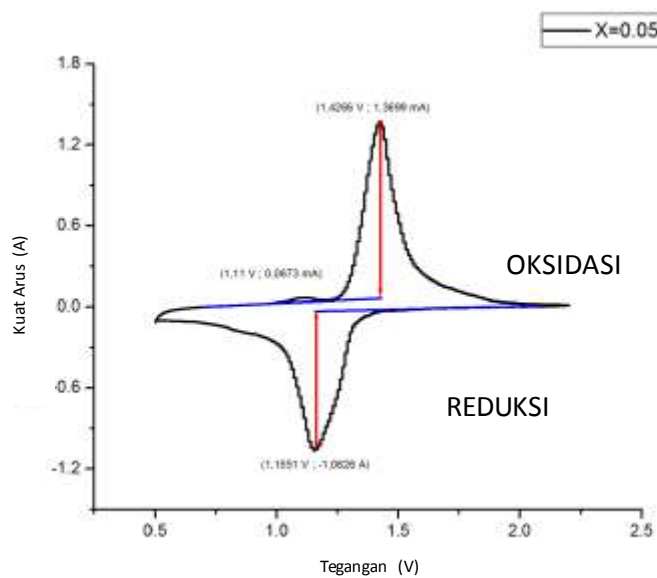
Gambar 14 Perbandingan hasil EIS tiap variasi x dalam satu kurva.

2. Analisa CV

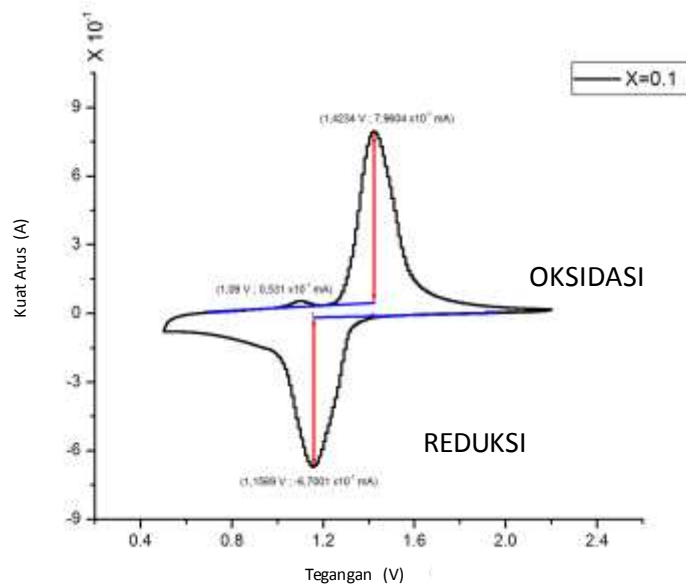
Analisis Cyclik Vammetry (CV) menggunakan alat WBCS3000 diperoleh dari pengujian Cyclic Vammetry digambarkan dalam kurva hubungan potensial(V) terhadap kuat arus (A). Pada pengujian sel, NaLTO berperan sebagai katoda dan lithium metal berperan sebagai anoda karena memiliki tegangan yang lebih rendah. Hasil pengujian CV pada ke empat sampel dapat dilihat dari grafik Voltamogram siklik pada Gambar 15 sampai 17 .



Gambar 15. Grafik CV untuk sampel $x = 0$ diambil pada siklus ke 3.



Gambar 16. Grafik CV untuk sampel $x = 0.01$ diambil pada siklus ke 3.



Gambar 17. Grafik CV untuk sampel $x = 0.1$ diambil pada siklus ke 3.

Dari ketiga grafik ini dapat disusun hasil pengamatan dan perhitungannya dalam Tabel 4.

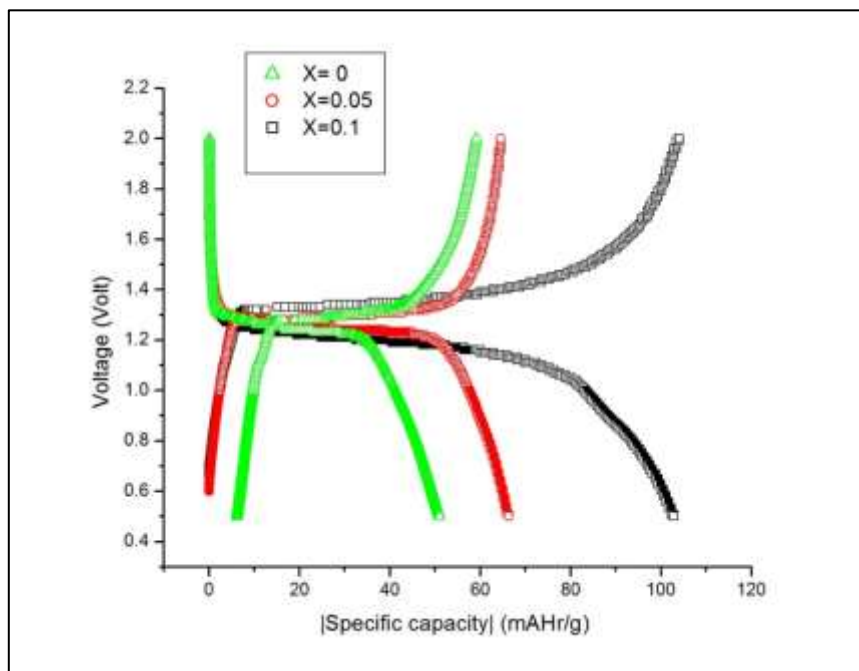
Tabel 4. Gambaran hasil pengamatan dan perhitungan grafik CV.

Kondisi	Epa (V)	Ipa (mA)	Epc (V)	Ipc (mA)	Ipc/Ipa	$\Delta E = E_{pa} - E_{pc}$
$x = 0$	1.4093	1.7876	1.16	-1.093	0.611490266	0.2493 V
$x = 0.05$	1.4266	1.3699	1.1551	-1.063	0.775677057	0.2715 V
$x = 0.1$	1.4234	0.79604	1.1569	-0.67	0.84167881	0.2665 V

Dari ketiga hasil perhitungan tersebut dapat dilihat bahwa tegangan kerja sel adalah sekitar 1.28-1.29 V. Dan setelah dihitung rasio perbandingan arus puncak anoda dan katoda masing-masing sampel, bahwa tiap kenaikan x , rasio arus meningkat yang menunjukkan reaksi reduksi dan oksidasi yang bagus.

3. Analisa CD

Penhujian Charge Discharge ini dilakukan untuk mengetahui kapasitas baterai, pada gambar 18. Dapat dilihat hasil Charge/Discharge digunakan untuk mengetahui besar kapasitas pada material baterai yang diuji. C-rate digunakan untuk menentukan tingkatt siklus. Satu siklus adalah sama dengan satu proses charge (terjadi reaksi oksidasi) dan satu kali discharge (terjadi reaksi reduksi).



Gambar 18. Grafik charge/discharge pada sampel untuk tiap variawsi nilai x .

Jika dipaparkan hasil analisa dari Gambar 18 dalam bentuk tabel. Maka hasilnya menunjukan seperti Tabel 5 dari tabel dapat dilihat jika baik pada proses charge maupun discharge nilai kapasitas semakin bertambah untuk tiap kenaikan nilai x .

Kondisi		Kapasitas Q (mAh)	Massa elektroda (gr)	Kapasitas spesifik Q (mAh/g)
$x = 0$	charge	0,85	0.0144	59,16
	discharge	-0,73		50,98
$x = 0.05$	charge	1,42	0.0220	64,54
	discharge	-1,46		66,25
$x = 0.1$	charge	1,77	0.0170	103,97
	discharge	-1,75		102,79

Tabel 5. Gambaran hasil pengamatan dan perhitungan grafik CD.

Hasil ini menunjukan bahwa dengan penambahan Zr dapat meningkatkan kestabilan dari reaksi redoks pada baterai.

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

1. Sintesis dengan menggunakan metode metalurgi serbuk berhasil dilakukan dengan $\text{LiOH}(\text{H}_2\text{O})$, NaHCO_3 , TiO_2 , dan ZrO_2 sehingga dihasilkan $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$ dilakukan dengan metode metalurgi serbuk..
2. Dengan uji XRD diketahui fasa kristal yang mendominasi adalah fasa NaLiTiO_7 . Dengan hasil ini menunjukkan bahwa penambahan Zr tidak merubah struktur kristal yang dimiliki oleh sampel pada awalnya.
3. Dengan uji FTIR diketahui bahwa pada beberapa peak pada wavelength sekitar 500-400 cm^{-1} terdapat getaran dari atom Zr yang berdekatan dengan peak getaran dari Ti.
4. Hasil dari analisa EIS menunjukkan bahwa untuk pendopingan Zr pada $x = 0.05$ menurunkan nilai dari konduktivitas (jika dibandingkan dengan $x = 0$), dan nilai konduktivitas sedikit meningkat pada kenaikan variasi $x = 0.1$. hasil analisa CV menunjukkan bahwa rasio perbandingan arus peak reduksi dan oksidasi (I_{pc}/I_{pa}) angkanya menunjukkan kenaikan. Hasil dari analisa CD menunjukkan bahwa terjadinya kenaikan kapasitas spesifik untuk setiap kenaikan nilai indeks x . Dari ketiga hasil ini membuktikan bahwa bahan ini lumayan bagus digunakan sebagai anoda baterai Litium.

B. Saran

1. Kesterilan alat-alat yang akan digunakan perlu diperhatikan agar tidak merusak sampel yang sudah dibuat.
2. Perlu dicoba perlakuan coating karbon untuk meningkatkan konduktivitas yang kecil.

DAFTAR PUSTAKA

- Amstead, B.H., Djaprie, S. 1995. *Teknologi Mekanik Edisi ke-7 Jilid I*. Jakarta: Erlangga.
- Chen, Y, et al. 2013. "Quantitative Analysis of Lithium-Ion Battery Capacity Prediction via Adaptive Bathtub-Shaped Function". *Energies*, p. 3082-3096
- Christensen, J, Srinivasan, V, & Newman, J. 2006. "Optimization of Lithium Titanate Electrodes for High-Power Cells". *Journal of The Electrochemical Society*, 153, p. A560-A565.
- Derrick, Michele R, Stulik, D, & Landry, James M. 1999. *Infrared Spectroscopy in Conservation Science*. Getty Conservation Institute: Los Angeles.
- Dong, W.S, et al. 2009. "Synthesis of ZrO₂ nanowires by ionic-liquid route". *Journal of Colloid and Interface Science* 333, p. 734–740.
- Gosser, David K. 1993. *Cyclic Voltammetry; Simulation and Analysis of Reaction Mechanisms*. VCH publisher: New York.
- Han, X, et al. 2014. "Cycle Life of Commercial Lithium-Ion Batteries with Lithium Titanium Oxide Anodes in Electric Vehicles". *Energies* 2014, p. 4895-4909.
- Hidayat, I.N. 2015. "APLIKASI GRAPHENE UNTUK *LITHIUM ION BATTERY*". Makalah. Dalam: Ujian mata kuliah Seminar Fisika di jurusan PMIPA UNS Surakarta, 18 Desember 2014.
- Kang Suk-Joong L, 2005, Sintering (Desification, graingrowth, and Microstructure), Elseveir.
- Kristianingrum, S. HANDOUT SPEKTROSKOPI INFRA MERAH, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta.
- Lasia, A. 2014. *Electrochemical Impedance Spectroscopy and its Applications*. Springer: New York.
- Lestariningsih, T, Sabrina, Q, & Majid, N. 2017. "PENAMBAHAN TIO₂ DALAM PEMBUATAN LEMBARAN POLIMER ELEKTROLIT BERPENGARUH

TERHADAP KONDUKTIVITAS DAN KINERJA BATERAI LITHIUM".
urnal Material dan Energi Indonesia Vol. 07, No. 01 (2017), hal. 31 – 37.

- Liu, W, et al. 2013. "The Characterization of Lithium Titanate Microspheres Synthesized by a Hydrothermal Method". Journal of Chemistry Volume 2013, Article ID 497654 , p. 1-9.
- Lopez, E.F, et al. 2001. "Vibrational and electronic spectroscopic properties of zirconia powders". First published as an Advance Article on the web 6th June 2001, p. 1891-1897.
- Mckeown, David A. 2005. "Raman spectroscopy and vibrational analyses of albite: From 25 °C through the melting temperature". American Mineralogist, Volume 90, p. 1506–1517.
- Menictas, C, Skyllas-Kazacos, M, & Lim, T.M (eds). 2015. *Advances in Batter ies for Medium- and Large-scale Energy Storage*. Woodhead Publishing: Sawston, Britania Raya, Cambridge, Cambridgeshire, Britania Raya
- Nordh, Tim. 2013. "Li₄Ti₅O₁₂ as an anode material for Li ion batteries in situ XRD and XPS studies:.. Uppsala Universitet. Upteck k 13001.
- Nyquist, Richard A, & Kagel, Ronald O. 1971. *INFRARED SPECTRA OF INORGANIC COMPOUNDS (3800 - 45cm⁻¹)*. ACADEMIC PRESS: New York.
- Padhi, A.K, Nanjundaswamy, K.S, & Goodwnough, J.B. 1997. "Phospho-olivines as Positive-Electrode Materials for Rechargeable Lithium Batteries". . Electrochem. Soc., Vol. 144, No. 4, April 1997, p. 1188-1194.
- Peng, et al. 2010. "Microwave-assisted hydrothermal synthesis of N-doped titanate nanotubes for visible-light-responsive photocatalysis". Journal of Hazardous Materials 183, p. 754–758
- Priyono, B, et al. 2015. "SYNTHESIS OF LITHIUM TITANATE (Li₄Ti₅O₁₂) THROUGH HYDROTHERMAL PROCESS BY USING LITHIUM HYDROXIDE (LiOH) AND TITANIUM DIOXIDE (TiO₂) XEROGEL". International Journal of Technology (2015) 4: 555-564.

- Priyono, S, Prihandoko, B, & Syahrial, A.Z. 2015. "Synthesis and Characterization of $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ Doped by Na and Al as Anodes Material for Li-Ion Batteries". *Advanced Materials Research* Vol. 1112, p. 241-244
- Putra, B.S, Rusdinar, A, & Kurniawan, E. 2015. "DESAIN DAN IMPLEMENTASI SISTEM MONITORING DAN MANAJEMEN BATERAI MOBIL LISTRIK". *e-Proceeding of Engineering* : Vol.2, No.2 Agustus 2015, hal. 1909-1916.
- Puzenat, E, & Pichat, P. 2003. "Studying TiO_2 coatings on silica-covered glass by O photosorption measurements and FTIR-ATR spectrometry Correlation with the self-cleaning efficacy". *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry* 160, p. 127-133.
- Slodczyk, A, et al. 2008. "Indirect Raman identification of the proton insertion in the high-temperature $[\text{Ba}/\text{Sr}][\text{Zr}/\text{Ti}]\text{O}_3$ -modified perovskite protonic conductors
- Smith, Brian C. 2018. *Infrared Spectral Interpretation: A Systematic Approach*. CRC Press: Boca Raton, Florida, Amerika.
- Smith, Brian C. 2011. *Second Edition of Fundamentals of Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*. CRC Press: Boca Raton, Florida, Amerika.
- Subhan, A. 2011. *Fabrikasi dan karakterisasi $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ untuk bahan anoda baterai lithium keramik*. Tesis. Universitas Indonesia: Jakarta.
- Suryana, C, & Norton, M Gram. 1912. *X-Ray Diffraction A Practical Aproach*. Biblioteca Central: New York.
- Thomas, S, Zaikov, G.E, & Valsaraj, S.V (eds). 2009. *Recent Advances in Polymer Nanocomposites*. VSP Publisher: Netherlands.
- Tribowo, J, et al. 2015. "STUDI PENGARUH KETEBALAN LEMBAR KATHODA LiFePO_4 PADA PERFORMA BATERAI SEKUNDER ION LITHIUM". *Jurnal Material dan Energi Indonesia* Vol. 05, No. 02, hal. 1 – 7.
- Vasconcelos, D.C.L, et al. 2011. "Infrared Spectroscopy of Titania Sol-Gel Coatings on 316L Stainless Steel". *Materials Sciences and Applications*, 2011, page 1375-1382.

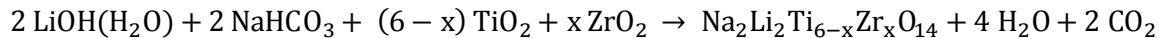
- Wang, P, et al. 2016. "Effect of Sodium-Site Doping on Enhancing the Lithium Storage Performance of Sodium Lithium Titanate". ACS Applied Materials & interface, p. 10302-10314.
- Wang, Z, et al. 2014. "An improved solid-state reaction to synthesize Zr-doped $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ anode material and its application in $\text{LiMn}_2\text{O}_4/\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ full-cell". Ceramics International 40, p. 10053-10059.
- Warner, J. 2015. *The Handbook of Lithium-Ion Battery Pack Design*. Elsevier: Amsterdam, Netherlands.
- Whittingham, M.S. 1976. "Electrical Energy Storage and Intercalation Chemistry". Science. Vol. 192. No. 4244. pp. 1126 –1127
- Winter, M. and Brodd R.J. 2004. "What are batteries: status, prospect and future". Chemical Reviews. 104: 4245
- Xu, K. 2004. "Nonaqueous liquid electrolytes for lithium based rechargeable batteries". Chemical Reviews. 104: 4303.
- Yuan, X, Liu, H, & Zhang, J (eds). 2011. *Lithium-ion batteries : advanced materials and technologies*. CRC Press: Boca Raton, Florida, Amerika.

LAMPIRAN

Lampiran A

1. Perhitungan Komposisi Bahan

Jika reaksi yang diinginkan



Massa atom relatif unsur

$$\text{Ar. Na} = 22,989769 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Li} = 6,941 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Ti} = 47,867 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Zr} = 91,224 \text{ gr/mol}$$

$$\text{O} = 15,9994 \text{ gr/mol}$$

$$\text{H} = 1,00794 \text{ gr/mol}$$

$$\text{C} = 12,0107 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Mr. LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O} = 41,9636 \text{ gr/mol}$$

$$\text{NaHCO}_3 = 84,0066 \text{ gr/mol}$$

$$\text{TiO}_2 = 79,8658 \text{ gr/mol}$$

$$\text{ZrO}_2 = 123,2228 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_6\text{O}_{14} = 571,0551 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{5,95}\text{Zr}_{0,05}\text{O}_{14} = 573,2230 \text{ gr/mol}$$

$$\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{5,90}\text{Zr}_{0,10}\text{O}_{14} = 575,3908 \text{ gr/mol}$$

Massa bahan yang dibutuhkan untuk 10 gram $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{6-x}\text{Zr}_x\text{O}_{14}$

a. Saat $x = 0$

$$2 \text{ LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O} = 2 \frac{10 \text{ gr}}{571,0551 \text{ gr/mol}} \times 41,9636 \text{ gr/mol} = 1,4697 \text{ gr}$$

$$2 \text{ NaHCO}_3 = 2 \frac{10 \text{ gr}}{571,0551 \text{ gr/mol}} \times 84,0066 \text{ gr/mol} = 2,9422 \text{ gr}$$

$$6 \text{ TiO}_2 = 6 \frac{10 \text{ gr}}{571,0551 \text{ gr/mol}} \times 79,8658 \text{ gr/mol} = 8,3914 \text{ gr}$$

b. Saat $x = 0,05$

$$2 \text{ LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O} = 2 \frac{10 \text{ gr}}{573,2230 \text{ gr/mol}} \times 41,9636 \text{ gr/mol} = 1,4641 \text{ gr}$$

$$2 \text{ NaHCO}_3 = 2 \frac{10 \text{ gr}}{573,2230 \text{ gr/mol}} \times 84,0066 \text{ gr/mol} = 2,9310 \text{ gr}$$

$$5,95 \text{ TiO}_2 = 5,95 \frac{10 \text{ gr}}{573,2230 \text{ gr/mol}} \times 79,8658 \text{ gr/mol} = 8,2900 \text{ gr}$$

$$0,05 \text{ ZrO}_2 = 0,05 \frac{10 \text{ gr}}{573,2230 \text{ gr/mol}} \times 123,2228 \text{ gr/mol} = 0,1075 \text{ gr}$$

c. Saat $x = 0,1$

$$2 \text{ LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O} = 2 \frac{10 \text{ gr}}{575,3908 \text{ gr/mol}} \times 41,9636 \text{ gr/mol} = 1,4586 \text{ gr}$$

$$2 \text{ NaHCO}_3 = 2 \frac{10 \text{ gr}}{575,3908 \text{ gr/mol}} \times 84,0066 \text{ gr/mol} = 2,9200 \text{ gr}$$

$$5,9 \text{ TiO}_2 = 5,9 \frac{10 \text{ gr}}{575,3908 \text{ gr/mol}} \times 79,8658 \text{ gr/mol} = 8,1894 \text{ gr}$$

$$0,1 \text{ ZrO}_2 = 0,1 \frac{10 \text{ gr}}{575,3908 \text{ gr/mol}} \times 123,2228 \text{ gr/mol} = 0,2142 \text{ gr}$$

Kondisi	Hitung (gram)				Ukur (gram)			
	LiOH.H ₂ O	NaHCO ₃	TiO ₂	ZrO ₂	LiOH.H ₂ O	NaHCO ₃	TiO ₂	ZrO ₂

$x = 0$	1,4697	2,9422	8,3914	0	1,4691	2,9425	8,3914	0
$x = 0,05$	1,4641	2,9310	8,2900	0,1075	1,4638	2,9310	8,2902	0,1070
$x = 0,10$	1,4586	2,9200	8,1894	0,2142	1,4585	2,9199	8,1893	0,2142

2. Perbandingan Komposisi Bahan NaLTO(Zr) : PVDF : Super P

85:10:5 { NaLTO(Zr) : PVDF : Super P }

1 gr : 0,1176 gr : 0,0588 gr → Tiap komponen ditambahkan DMAC 3ml

Kondisi	NaLTO(Zr) (gram)	PVDF (gram)	Super P (gram)
$x = 0$	1,0003	0,1179	0,0592
$x = 0,05$	1,0004	0,1179	0,0591
$x = 0,10$	1,0010	0,1182	0,0588

3. Perhitungan Massa Lembaran

Kondisi	Massa elektroda (gram)	Massa Cu (gram)	Massa Bahan (gram)
$x = 0$	0,0436	0,0267	$(0,0436 - 0,0267) \times 85\% = 0,0144$
$x = 0,05$	0,0518	0,0259	$(0,0518 - 0,0259) \times 85\% = 0,0220$
$x = 0,10$	0,0476	0,0276	$(0,0476 - 0,0254) \times 85\% = 0,0189$

LAMPIRAN B

1. Gambar Bahan-Bahan Penelitian



TiO_2



$\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$



ZrO_2



NaHCO_3



Aseton



PVDF



SuperP



N,N DMAC



Cu Foil



Separator



Koin Sel



Lipatan Kasa

2. Gambar Alat-alat Penelitian



Hot Plate



Furnice



Neraca



Doctor Blade



Oven Lembaran



Plastik Samnel



Cawan



Wadah kaca



Tisu



Cruisble



Pipet



Jepitan



Gelas ukur&magnetik Stirrer



Piring



Penggerus mortar



Ayakan 400mesh

3. Gambar Beberapa Proses Penelitian



Pembuatan *Slurry*



Bahan akan dikalsinasi



Bahan akan disintering



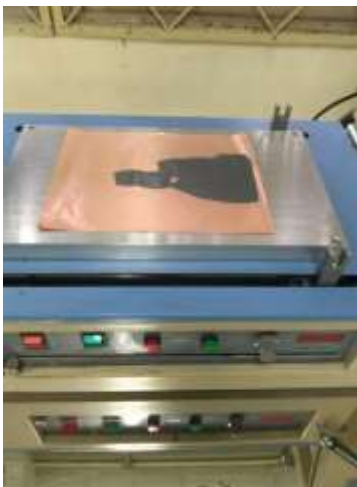
Proses Sintering



Milling dengan Penggerus



Coating Cu-foil A



Coating Cu-foil B



Ansembling A



Ansembling B

LAMPIRAN C

1. Analisa Fase XRD

a. Peak List $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_6\text{O}_{14}$ hasil analisa Lab

No.	NaLTO (percobaan)		NaLTO (ICDD 00-052-0690)		LTO (ICDD 01-074-1912)	
	2 teta (deg)	d (ang.)	d [Å]	Int.	d [Å]	Int.
1	10.748(12)	8.225(9)	8.2638	146		
2	14.369(11)	6.159(5)				
3	15.785(3)	5.6099(12)	5.6207	484		
4	18.166(2)	4.8795(6)	4.8856	999		
					4.8261	999
5	18.480(9)	4.797(2)				
6	19.126(7)	4.6366(17)	4.6429	445		
7	21.580(12)	4.115(2)	4.1231	98		
8	23.781(10)	3.7386(15)	3.7426	373		
9	24.527(15)	3.626(2)				
10	26.847(10)	3.3182(12)	3.3218	265		
11	28.995(10)	3.0770(11)	3.0796	398		
12	29.666(18)	3.0090(18)				
					2.9554	4
13	31.14(3)	2.870(2)	2.8688	102		
			2.8037	60		
14	32.291(6)	2.7701(5)	2.7694	470		
15	32.561(8)	2.7477(7)	2.7486	279		
16	32.872(7)	2.7224(5)				
17	33.025(9)	2.7102(7)	2.7124	262		
18	33.746(8)	2.6539(6)	2.6561	171		
19	35.090(17)	2.5553(12)	2.5542	61		
					2.5203	292
20	36.805(5)	2.4400(3)	2.4397	279		
					2.413	22
21	39.68(2)	2.2694(12)	2.2707	98		
22	41.583(10)	2.1700(5)	2.1711	49		
					2.0898	518
			2.074	54		
23	43.903(7)	2.0606(3)	2.0592	407		
24	44.342(11)	2.0412(5)				
25	45.169(3)	2.00576(14)	2.0048	936		
26	46.464(17)	1.9528(7)	1.9529	96		
27	46.938(11)	1.9342(4)	1.9335	84		

28	47.563(16)	1.9102(6)			1.9177	153
29	48.56(3)	1.8731(11)	1.8713	37		
30	49.971(7)	1.8237(2)	1.824	45		
31	50.62(4)	1.8017(15)	1.8024	33		
			1.7829	25		
32	51.730(8)	1.7657(3)	1.7651	78		
33	53.080(17)	1.7240(5)	1.7234	123		
34	54.096(11)	1.6939(3)	1.6939	78	1.7063	1
			1.6476	22		
35	56.142(19)	1.6370(5)	1.6364	39		
36	56.511(18)	1.6272(5)				
37	56.777(10)	1.6201(3)	1.62	174		
38	57.91(3)	1.5911(6)	1.6033	32	1.6087	69
39	58.294(14)	1.5816(3)	1.581	113		

b. Peak List $\text{Na}_2\text{Li}_2\text{Ti}_{5.95}\text{Zr}_{0.05}\text{O}_{14}$ hasil analisa Lab.

No.	NaLTO (Percobaan)		NaLTO (ICDD 00-052-0690)		LTO (ICDD 01-074-1912)		Li4ZrO4 (ICDD 00-036-0121)	
	2 teta (deg)	d (ang.)	d [Å]	Int.	d [Å]	Int.	d [Å]	Int.
			8.2638	146				
1	10.724(10)	8.243(7)						
			5.6207	484				
2	15.788(3)	5.6088(12)						
							5.137	6
							4.952	6
							4.931	6
3	18.174(3)	4.8773(7)	4.8856	999				
					4.8261	999		
4	19.128(6)	4.6361(13)	4.6429	445				
							4.283	6
5	21.59(2)	4.113(4)	4.1231	98				

							3.839	100
6	23.810(7)	3.7340(10)	3.7426	373				
7	26.860(7)	3.3165(8)	3.3218	265				
8	29.009(9)	3.0756(9)	3.0796	398				
					2.9554	4		
9	31.195(13)	2.8649(11)	2.8688	102				
10	31.900(7)	2.8032(6)	2.8037	60				
11	32.316(4)	2.7680(4)	2.7694	470				
12	32.594(4)	2.7450(3)	2.7486	279				
13	32.902(7)	2.7200(6)	2.7124	262				
14	33.062(5)	2.7072(4)						
15	33.749(11)	2.6537(8)	2.6561	171				
16	35.121(19)	2.5531(13)	2.5542	61				
					2.5203	292		
							2.498	13
							2.471	6
							2.448	12
17	36.844(7)	2.4375(4)	2.4397	279				
					2.413	22	2.413	6
18	39.683(8)	2.2694(4)	2.2707	98				
							2.245	20
19	41.60(2)	2.1691(12)	2.1711	49				
							2.124	30
					2.0898	518		
20	43.669(11)	2.0711(5)	2.074	54				
21	43.956(4)	2.0582(2)	2.0592	407				
22	44.429(7)	2.0374(3)						
23	45.189(3)	2.00490(12)	2.0048	936				
24	46.477(11)	1.9523(4)	1.9529	96				
25	46.999(11)	1.9318(4)	1.9335	84				

					1.9177	153		
26	48.585(13)	1.8724(5)	1.8713	37				
							1.861	20
27	49.999(13)	1.8227(4)	1.824	45				
			1.8024	33				
28	50.657(12)	1.8006(4)						
			1.7829	25				
29	51.773(8)	1.7644(3)	1.7651	78				
30	53.108(8)	1.7231(2)	1.7234	123			1.723	3
31	53.477(6)	1.71208(18)					1.716	5
32	54.124(19)	1.6931(5)	1.6939	78	1.7063	1		
							1.678	6
							1.665	5
							1.656	8
			1.6476	22				
33	56.176(18)	1.6360(5)	1.6364	39				
34	56.802(8)	1.6195(2)	1.62	174				
35	57.45(2)	1.6029(6)	1.6033	32	1.6087	69	1.609	10
36	58.322(9)	1.5809(2)	1.581	113				
37	58.928(9)	1.5660(2)	1.5655	50				
							1.556	17
							1.547	15
38	60.134(11)	1.5375(2)	1.5376	53				
39	61.25(2)	1.5121(5)	1.5132	37			1.514	3

c. Peak List $Na_2Li_2Ti_{5.9}Zr_{0.1}O_{14}$ hasil analisa Lab.

No.	NaLTOZr (percobaan)		NaLTO (ICDD 00-052-0690)		LTO (ICDD 01-074-1912)		Li4ZrO4 (ICDD 00-036-0121)	
	2 teta (deg)	d (ang.)	d [Å]	Int.	d [Å]	Int.	d [Å]	Int.
1	10.746(13)	8.226(10)	8.2638	146				

2	15.786(4)	5.6094(13)	5.6207	484				
							5.137	6
							4.952	6
							4.931	6
3	18.206(5)	4.8689(13)	4.8856	999				
					4.8261	999		
4	19.135(8)	4.6346(19)	4.6429	445				
5	19.889(6)	4.4605(13)						
							4.283	6
6	21.590(4)	4.1127(8)	4.1231	98				
							3.839	100
7	23.797(8)	3.7360(12)	3.7426	373				
8	26.826(10)	3.3207(12)	3.3218	265				
9	26.984(7)	3.3016(8)						
10	29.008(7)	3.0757(8)	3.0796	398				
					2.9554	4		
11	31.160(5)	2.8680(5)	2.8688	102				
			2.8037	60				
12	32.324(4)	2.7673(3)	2.7694	470				
13	32.600(4)	2.7446(3)	2.7486	279				
14	32.906(7)	2.7197(5)						
15	33.067(5)	2.7068(4)	2.7124	262				
16	33.731(11)	2.6551(8)	2.6561	171				
17	35.114(5)	2.5536(4)	2.5542	61				
					2.5203	292		
							2.498	13
							2.471	6
							2.448	12
18	36.839(7)	2.4379(5)	2.4397	279				
					2.413	22	2.413	6
19	39.682(18)	2.2695(10)	2.2707	98				
							2.245	20
20	41.621(7)	2.1681(4)	2.1711	49				
							2.124	30
					2.0898	518		
21	43.70(2)	2.0699(10)	2.074	54				
22	43.946(5)	2.0587(2)	2.0592	407				
23	45.191(3)	2.00483(14)	2.0048	936				
24	46.454(5)	1.95319(18)	1.9529	96				
25	46.974(7)	1.9328(3)	1.9335	84				
					1.9177	153		
26	48.57(4)	1.8731(13)	1.8713	37				
							1.861	20
27	49.98(2)	1.8235(7)	1.824	45				
			1.8024	33				
			1.7829	25				
28	51.752(12)	1.7650(4)	1.7651	78				

29	53.110(9)	1.7230(3)	1.7234	123			1.723	3
							1.716	5
30	54.099(11)	1.6938(3)	1.6939	78	1.7063	1		
							1.678	6
							1.665	5
31	55.634(14)	1.6507(4)					1.656	8
			1.6476	22				
32	56.19(3)	1.6356(7)	1.6364	39				
33	56.811(12)	1.6193(3)	1.62	174				
			1.6033	32	1.6087	69	1.609	10
34	58.328(8)	1.5807(2)	1.581	113				
35	58.903(9)	1.5666(2)	1.5655	50			1.556	17
							1.547	15
36	60.084(9)	1.5386(2)	1.5376	53				
37	61.22(2)	1.5128(4)	1.5132	37			1.514	3
							1.504	7
			1.4868	31	1.4777	254		
			1.4645	36				
38	64.829(3)	1.43702(5)	1.4368	315				
			1.4349	320				
39	65.226(6)	1.42922(12)						

2. Peak List XRD pemberian lab

a. $x = 0$

No.	2-theta (deg)	d (ang.)	Height (counts)	FWHM (deg)	Int. I (counts/deg)	Size (ang.)	Phase name	Chemical formula	DB card number	Rel. int. I (au.)	
1	10.748(12)	8.225(9)	33(6)	0.109(14)	5.6(5)	762(98)	Unknown	Unknown	0	11.58	11.04
2	14.369(11)	6.159(5)	15(4)	0.13(3)	4.1(3)	636(132)	Unknown	Unknown	0	8.43	5.05
3	15.785(3)	5.6039(12)	144(12)	0.102(4)	2.16(5)	825(30)	Unknown	Unknown	0	44.86	47.81
4	18.166(2)	4.8795(6)	302(17)	0.091(4)	4.3(8)	920(38)	Unknown	Unknown	0	89.50	100.00
5	18.480(9)	4.797(2)	19(4)	0.10(2)	3.1(5)	810(182)	Unknown	Unknown	0	6.38	6.27
6	19.126(7)	4.6366(17)	121(11)	0.119(6)	18.7(4)	709(36)	Unknown	Unknown	0	39.01	40.19
7	21.580(12)	4.115(2)	19(4)	0.174(18)	4.1(3)	485(51)	Unknown	Unknown	0	8.60	6.42
8	23.781(10)	3.7386(15)	95(10)	0.135(12)	17.1(5)	628(57)	Unknown	Unknown	0	35.50	31.41
9	24.527(15)	3.626(2)	45(7)	0.146(10)	7.5(4)	583(41)	Unknown	Unknown	0	15.55	14.98
10	26.847(10)	3.3182(12)	69(8)	0.118(9)	9.3(4)	723(54)	Unknown	Unknown	0	19.44	22.97
11	28.995(10)	3.0770(11)	124(11)	0.122(10)	20.0(6)	702(56)	Unknown	Unknown	0	41.62	41.01
12	29.666(18)	3.0090(18)	21(5)	0.17(2)	5.0(4)	495(58)	Unknown	Unknown	0	10.44	6.87
13	31.14(3)	2.870(2)	22(5)	0.131(19)	3.1(3)	655(96)	Unknown	Unknown	0	6.45	7.27
14	32.291(6)	2.7701(5)	121(11)	0.113(7)	17.0(6)	763(50)	Unknown	Unknown	0	35.30	40.13
15	32.561(8)	2.7477(7)	56(7)	0.165(16)	11.4(6)	525(50)	Unknown	Unknown	0	23.63	18.47
16	32.872(7)	2.7224(5)	58(8)	0.103(13)	7.4(12)	843(107)	Unknown	Unknown	0	15.35	19.25
17	33.025(9)	2.7102(7)	60(8)	0.15(2)	11.0(14)	582(92)	Unknown	Unknown	0	22.95	19.86
18	33.746(8)	2.6539(6)	57(8)	0.099(11)	8.1(3)	877(96)	Unknown	Unknown	0	16.76	18.88
19	35.090(17)	2.5553(12)	15(4)	0.10(2)	2.0(3)	842(189)	Unknown	Unknown	0	4.26	5.03
20	36.805(5)	2.4400(3)	72(8)	0.140(9)	12.3(4)	625(39)	Unknown	Unknown	0	25.61	23.71
21	39.68(2)	2.2694(12)	21(5)	0.15(2)	3.7(4)	597(94)	Unknown	Unknown	0	7.74	6.89
22	41.583(10)	2.1700(5)	12(4)	0.13(3)	2.1(3)	666(134)	Unknown	Unknown	0	4.36	4.09
23	43.903(7)	2.0606(3)	104(10)	0.170(11)	27.7(10)	525(34)	Unknown	Unknown	0	57.55	34.37
24	44.342(11)	2.0412(5)	25(5)	0.18(3)	6.9(8)	499(84)	Unknown	Unknown	0	14.40	8.16
25	45.169(3)	2.00576(14)	294(17)	0.124(4)	48.1(6)	724(22)	Unknown	Unknown	0	100.00	97.29
26	46.464(17)	1.9528(7)	23(5)	0.19(2)	5.1(3)	470(52)	Unknown	Unknown	0	10.57	7.50
27	46.938(11)	1.9342(4)	23(5)	0.121(14)	3.3(2)	750(87)	Unknown	Unknown	0	6.80	7.68
28	47.563(16)	1.9102(6)	28(5)	0.158(17)	5.3(3)	575(61)	Unknown	Unknown	0	11.02	9.19
29	48.56(3)	1.8731(11)	10(3)	0.12(3)	1.7(3)	752(215)	Unknown	Unknown	0	3.54	3.41
30	49.971(7)	1.8237(2)	15(4)	0.096(16)	1.6(3)	955(161)	Unknown	Unknown	0	3.28	4.95
31	50.62(4)	1.8017(15)	5(2)	0.12(5)	0.7(3)	735(281)	Unknown	Unknown	0	1.41	1.68
32	51.730(8)	1.7657(3)	19(4)	0.133(18)	2.9(3)	696(96)	Unknown	Unknown	0	5.98	6.40
33	53.080(17)	1.7240(5)	30(5)	0.177(17)	6.1(4)	523(51)	Unknown	Unknown	0	12.72	10.00
34	54.096(11)	1.6939(3)	14(4)	0.26(4)	3.8(4)	362(49)	Unknown	Unknown	0	7.86	4.57
35	56.142(19)	1.6370(5)	9(3)	0.17(4)	1.8(2)	565(129)	Unknown	Unknown	0	3.72	2.84
36	56.511(18)	1.6272(5)	10(3)	0.17(4)	2.1(4)	569(141)	Unknown	Unknown	0	4.39	3.37
37	56.777(10)	1.6201(3)	48(7)	0.150(11)	9.0(4)	630(47)	Unknown	Unknown	0	18.63	15.80
38	57.91(3)	1.5911(6)	7(3)	0.16(6)	1.3(3)	608(223)	Unknown	Unknown	0	2.63	2.47
39	58.294(14)	1.5816(3)	28(5)	0.166(16)	5.0(5)	571(56)	Unknown	Unknown	0	10.42	9.15

b. $x = 0,05$

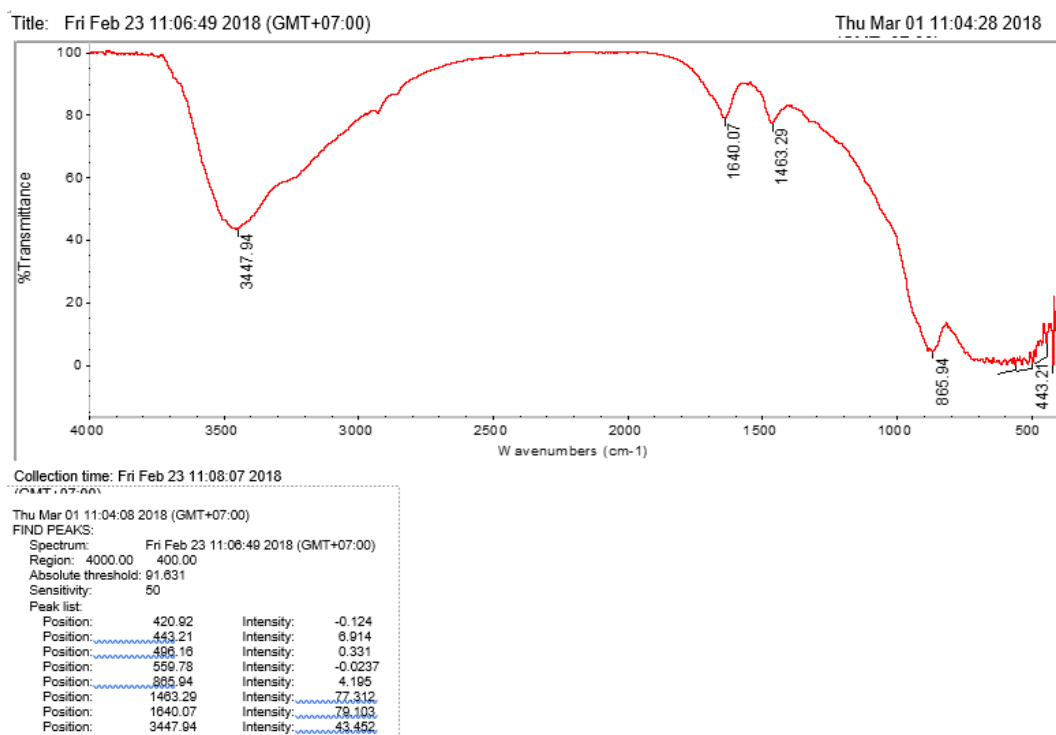
No.	2-theta		d (ang.)	Height (counts)	FWHM (deg)	Int. I (counts deg)	Size (ang.)	Phase name	Chemical formula	DB card number	Rel. int. I		Rel. height (a.u.)
	(deg)	(deg)											
1	10.724(10)	8.243(7)	5.6088(12)	32(6)	0.148(13)	28.6(6)	561(48)	Unknown	Unknown	0	10.96	8.21	
2	15.788(3)	5.6088(12)	717(13)	171(13)	0.107(4)	20.6(6)	784(32)	Unknown	Unknown	0	44.53	44.08	
3	18.174(3)	4.8773(7)	371(19)	371(19)	0.101(4)	58.4(8)	828(36)	Unknown	Unknown	0	90.96	95.56	
4	19.128(6)	4.6361(13)	161(13)	161(13)	0.109(8)	25.9(5)	770(56)	Unknown	Unknown	0	40.40	41.55	
5	21.59(2)	4.113(4)	25(5)	25(5)	0.144(16)	4.1(4)	588(64)	Unknown	Unknown	0	6.42	6.48	
6	23.810(7)	3.7340(10)	114(11)	114(11)	0.136(7)	19.5(5)	624(32)	Unknown	Unknown	0	30.29	29.25	
7	26.860(7)	3.3165(8)	87(9)	87(9)	0.127(10)	15.2(5)	672(54)	Unknown	Unknown	0	23.65	22.33	
8	29.009(9)	3.0756(9)	120(11)	120(11)	0.139(7)	20.1(5)	615(30)	Unknown	Unknown	0	31.23	30.86	
9	31.195(13)	2.8649(11)	31(6)	31(6)	0.113(12)	3.9(3)	761(84)	Unknown	Unknown	0	6.12	7.94	
10	31.900(7)	2.8032(6)	14(4)	14(4)	0.07(2)	1.4(2)	1299(389)	Unknown	Unknown	0	2.25	3.60	
11	32.316(4)	2.7680(4)	159(13)	159(13)	0.116(7)	26.0(7)	743(44)	Unknown	Unknown	0	40.53	40.91	
12	32.594(4)	2.7450(3)	97(10)	97(10)	0.095(8)	13.1(5)	906(71)	Unknown	Unknown	0	20.40	25.08	
13	32.902(7)	2.7200(6)	50(7)	50(7)	0.14(2)	8.9(10)	623(92)	Unknown	Unknown	0	15.25	12.88	
14	33.062(5)	2.7072(4)	68(8)	68(8)	0.090(10)	8.7(9)	958(103)	Unknown	Unknown	0	13.53	17.58	
15	33.749(11)	2.6537(8)	58(8)	58(8)	0.133(11)	9.6(4)	652(53)	Unknown	Unknown	0	14.91	15.02	
16	35.121(19)	2.5531(13)	19(4)	19(4)	0.12(2)	2.8(3)	721(132)	Unknown	Unknown	0	4.29	4.89	
17	36.844(7)	2.4375(4)	97(10)	97(10)	0.122(8)	15.3(4)	718(45)	Unknown	Unknown	0	23.82	25.10	
18	39.683(8)	2.2694(4)	35(6)	35(6)	0.115(12)	5.1(4)	766(81)	Unknown	Unknown	0	7.96	8.93	
19	41.60(2)	2.1691(12)	14(4)	14(4)	0.14(3)	2.4(3)	631(127)	Unknown	Unknown	0	3.66	3.59	
20	43.669(11)	2.0711(5)	13(4)	13(4)	0.12(3)	2.1(4)	771(167)	Unknown	Unknown	0	3.21	3.36	
21	43.956(4)	2.0582(2)	169(13)	169(13)	0.106(5)	24.4(6)	848(37)	Unknown	Unknown	0	37.99	43.66	
22	44.429(7)	2.0374(3)	6(3)	6(3)	0.06(2)	0.45(16)	1463(544)	Unknown	Unknown	0	0.70	1.66	
23	45.189(3)	2.00490(12)	388(20)	388(20)	0.121(3)	64.2(7)	744(20)	Unknown	Unknown	0	100.00	100.00	
24	46.477(11)	1.9523(4)	42(6)	42(6)	0.114(12)	7.2(3)	793(83)	Unknown	Unknown	0	11.22	10.79	
25	46.999(11)	1.9318(4)	33(6)	33(6)	0.107(12)	4.3(3)	848(98)	Unknown	Unknown	0	6.76	8.48	
26	48.585(13)	1.8724(5)	10(3)	10(3)	0.16(4)	1.7(3)	575(132)	Unknown	Unknown	0	2.72	2.57	
27	49.999(13)	1.8227(4)	17(4)	17(4)	0.107(11)	2.0(2)	857(92)	Unknown	Unknown	0	3.18	4.49	
28	50.657(12)	1.8006(4)	10(3)	10(3)	0.14(2)	1.5(2)	666(100)	Unknown	Unknown	0	2.26	2.55	
29	51.773(8)	1.7644(3)	30(5)	30(5)	0.105(13)	4.6(3)	881(107)	Unknown	Unknown	0	7.13	7.64	
30	53.108(8)	1.7231(2)	49(7)	49(7)	0.122(8)	6.7(4)	760(52)	Unknown	Unknown	0	10.42	12.69	
31	53.477(6)	1.71208(18)	27(5)	27(5)	0.072(9)	2.2(2)	1291(158)	Unknown	Unknown	0	3.36	6.94	
32	54.124(19)	1.6931(5)	26(5)	26(5)	0.15(2)	4.4(4)	602(78)	Unknown	Unknown	0	6.88	6.74	
33	56.176(18)	1.6360(5)	9(3)	9(3)	0.14(5)	1.6(3)	675(229)	Unknown	Unknown	0	2.55	2.32	
34	56.802(8)	1.6195(2)	61(8)	61(8)	0.151(11)	13.7(4)	624(46)	Unknown	Unknown	0	21.32	15.62	
35	57.45(2)	1.6029(6)	9(3)	9(3)	0.12(2)	1.2(2)	769(132)	Unknown	Unknown	0	1.91	2.42	
36	58.322(9)	1.5809(2)	49(7)	49(7)	0.112(11)	8.0(3)	846(81)	Unknown	Unknown	0	12.39	12.56	
37	58.928(9)	1.5660(2)	19(4)	19(4)	0.105(14)	3.0(3)	912(123)	Unknown	Unknown	0	4.68	5.01	
38	60.134(11)	1.5375(2)	14(4)	14(4)	0.17(3)	3.9(3)	551(109)	Unknown	Unknown	0	6.02	3.61	
39	61.25(2)	1.5121(5)	13(4)	13(4)	0.15(2)	2.0(3)	662(91)	Unknown	Unknown	0	3.13	3.35	

c. $x = 0,1$

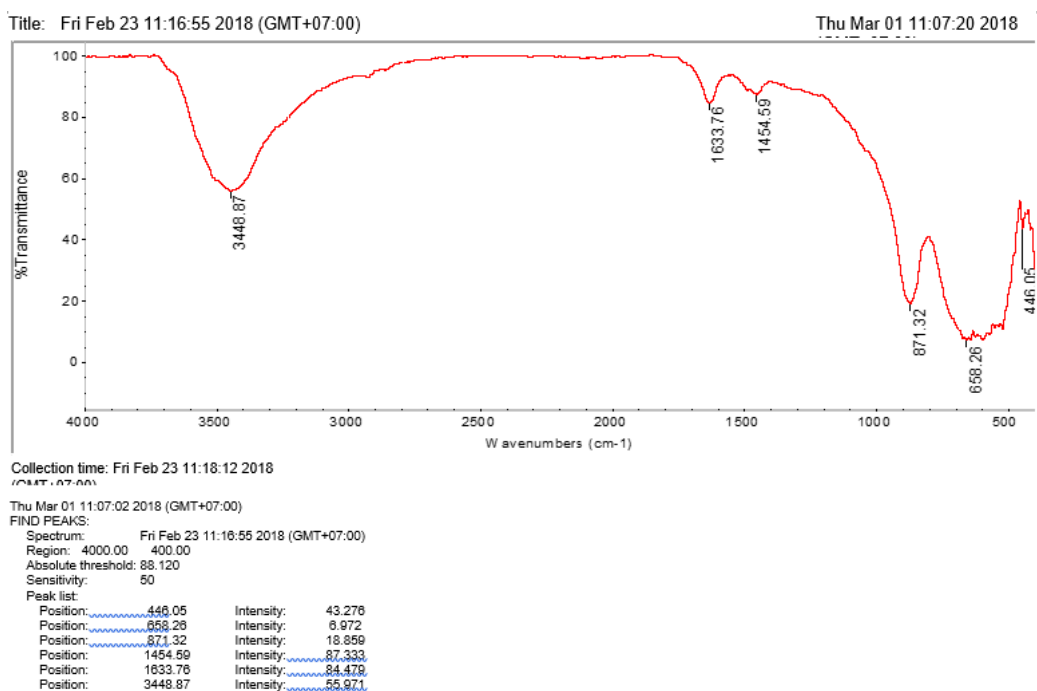
No.	2-theta		d (ang.)	Height (counts)	FWHM (deg)	Int. I (counts deg)	Size (ang.)	Phase name	Chemical formula	DB card number	Rel. int. I (a.u.)		Rel. height
	(deg)												
1	10.746(13)	8.226(10)	37(6)	0.110(18)	6.2(6)		760(127)	Unknown	Unknown	0	9.80	9.63	
2	15.786(4)	5.6094(13)	192(14)	0.100(6)	29.3(7)		836(49)	Unknown	Unknown	0	45.99	50.37	
3	18.206(5)	4.8689(13)	348(19)	0.127(4)	57.8(8)		661(23)	Unknown	Unknown	0	90.65	91.29	
4	19.135(8)	4.6346(19)	170(13)	0.104(8)	25.5(6)		805(65)	Unknown	Unknown	0	39.99	44.69	
5	19.889(6)	4.4605(13)	23(5)	0.086(15)	3.5(3)		981(168)	Unknown	Unknown	0	5.49	5.99	
6	21.590(4)	4.1127(8)	33(6)	0.115(11)	5.1(3)		734(67)	Unknown	Unknown	0	7.94	8.67	
7	23.797(8)	3.7360(12)	126(11)	0.121(7)	20.2(5)		703(39)	Unknown	Unknown	0	31.70	33.02	
8	26.826(10)	3.3207(12)	76(9)	0.16(3)	14(3)		525(113)	Unknown	Unknown	0	22.66	19.82	
9	26.984(7)	3.3016(8)	84(9)	0.091(14)	9(3)		935(141)	Unknown	Unknown	0	14.11	21.95	
10	29.008(7)	3.0757(8)	126(11)	0.126(7)	20.5(5)		678(38)	Unknown	Unknown	0	32.22	33.13	
11	31.160(5)	2.8680(5)	31(6)	0.113(16)	4.2(4)		759(110)	Unknown	Unknown	0	6.57	8.20	
12	32.324(4)	2.7673(3)	168(13)	0.110(7)	25.9(7)		789(54)	Unknown	Unknown	0	40.71	44.11	
13	32.600(4)	2.7446(3)	102(10)	0.093(8)	13.5(6)		925(76)	Unknown	Unknown	0	21.11	26.81	
14	32.906(7)	2.7197(5)	57(8)	0.118(15)	9.5(9)		734(96)	Unknown	Unknown	0	14.92	15.02	
15	33.067(5)	2.7068(4)	69(8)	0.095(12)	9.2(8)		912(113)	Unknown	Unknown	0	14.47	18.09	
16	33.731(11)	2.6551(8)	62(8)	0.128(11)	9.8(4)		677(57)	Unknown	Unknown	0	15.38	16.17	
17	35.114(5)	2.5536(4)	21(5)	0.074(15)	2.2(3)		1179(245)	Unknown	Unknown	0	3.40	5.42	
18	36.839(7)	2.4379(5)	93(10)	0.133(7)	15.1(4)		658(37)	Unknown	Unknown	0	23.65	24.34	
19	39.682(18)	2.2695(10)	29(5)	0.13(2)	4.7(4)		661(101)	Unknown	Unknown	0	7.41	7.50	
20	41.621(7)	2.1681(4)	14(4)	0.10(2)	1.8(3)		870(172)	Unknown	Unknown	0	2.87	3.77	
21	43.70(2)	2.0699(10)	15(4)	0.23(4)	4.1(8)		394(77)	Unknown	Unknown	0	6.48	3.93	
22	43.946(5)	2.0587(2)	163(13)	0.110(5)	21.8(10)		814(37)	Unknown	Unknown	0	34.21	42.72	
23	45.191(3)	2.00483(14)	381(20)	0.130(3)	63.7(8)		690(18)	Unknown	Unknown	0	100.00	100.00	
24	46.454(5)	1.95319(18)	40(6)	0.095(11)	7.6(3)		946(110)	Unknown	Unknown	0	11.87	10.47	
25	46.974(7)	1.9328(3)	29(5)	0.126(11)	4.2(3)		719(64)	Unknown	Unknown	0	6.63	7.68	
26	48.57(4)	1.8731(13)	11(3)	0.15(4)	1.9(3)		620(167)	Unknown	Unknown	0	3.02	2.88	
27	49.98(2)	1.8235(7)	20(4)	0.109(18)	2.5(3)		842(143)	Unknown	Unknown	0	3.97	5.18	
28	51.752(12)	1.7650(4)	33(6)	0.097(15)	4.5(3)		954(143)	Unknown	Unknown	0	7.04	8.71	
29	53.110(9)	1.7230(3)	51(7)	0.120(9)	7.4(3)		770(56)	Unknown	Unknown	0	11.55	13.30	
30	54.099(11)	1.6938(3)	30(5)	0.105(11)	4.0(3)		889(90)	Unknown	Unknown	0	6.28	7.88	
31	55.634(14)	1.6507(4)	13(4)	0.07(3)	1.8(2)		1383(523)	Unknown	Unknown	0	2.88	3.44	
32	56.19(3)	1.6356(7)	11(3)	0.11(2)	1.4(3)		826(153)	Unknown	Unknown	0	2.26	2.96	
33	56.811(12)	1.6193(3)	61(8)	0.127(16)	13.5(5)		743(91)	Unknown	Unknown	0	21.17	16.13	
34	58.328(8)	1.5807(2)	47(7)	0.123(8)	7.5(3)		773(50)	Unknown	Unknown	0	11.82	12.26	
35	58.903(9)	1.5666(2)	19(4)	0.113(13)	2.8(2)		841(93)	Unknown	Unknown	0	4.35	4.90	
36	60.084(9)	1.5386(2)	19(4)	0.16(2)	3.8(3)		589(82)	Unknown	Unknown	0	5.89	4.87	
37	61.22(2)	1.5128(4)	13(4)	0.123(16)	1.7(3)		787(101)	Unknown	Unknown	0	2.65	3.39	
38	64.829(3)	1.43702(5)	114(11)	0.213(8)	27.5(5)		462(18)	Unknown	Unknown	0	43.09	29.86	
39	65.226(6)	1.42922(12)	27(5)	0.122(10)	3.7(3)		808(67)	Unknown	Unknown	0	5.85	7.09	

3. Profil Uji FTIR

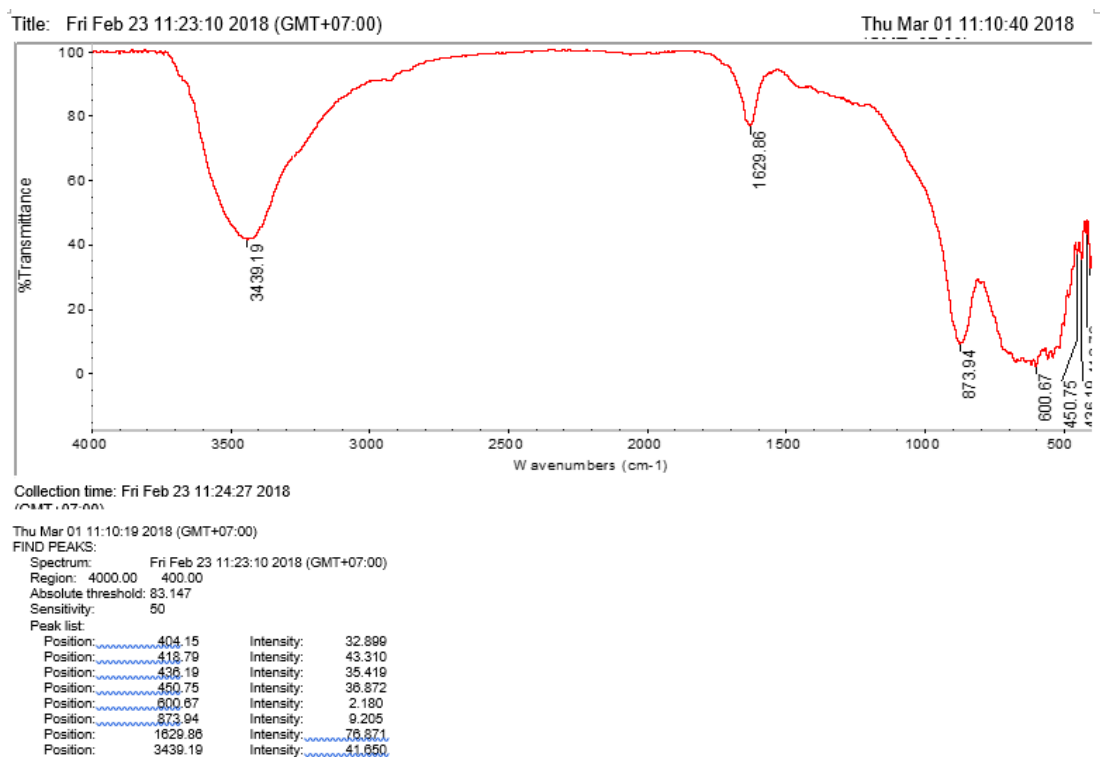
a. $x = 0$



b. $x = 0,05$



c. $x = 0,1$



4. Database ICDD

Entry # 00-026-1197

Phase classification
Name Lithium Titanium Oxide
Formula Li_4TiO_4
Pearson symbol o??
Quality I (Indexed)

Bibliographic data

Publication
Reference Dubey, West, Nature (London), Phys. Sci. **235**, 155 (1972)

Crystal structure

Published crystallographic data
Space group -
Crystal system orthorhombic
Cell parameters $a=7.910000 \text{ \AA}$ $b=6.150000 \text{ \AA}$ $c=7.410000 \text{ \AA}$
Cell volume 360.470001 \AA^3

Diffraction data

Published diffraction lines

d [Å]	Int.	hkl	Remark
5.410000	50	1 0 1	hkl generated by input software.
4.070000	50	1 1 1	hkl generated by input software.
3.950000	30	2 0 0	hkl generated by input software.
3.710000	10	0 0 2	hkl generated by input software.
3.180000	40	0 1 2	hkl generated by input software.
3.070000	20	0 2 0	hkl generated by input software.
2.710000	100	2 0 2	hkl generated by input software.
2.670000	50	1 2 1	hkl generated by input software.
2.470000	20	0 0 3	hkl generated by input software.
2.420000	10	3 1 0	hkl generated by input software.
2.360000	10	1 0 3	hkl generated by input software.
2.310000	30	2 2 1	hkl generated by input software.
2.210000	10	1 1 3	hkl generated by input software.
1.976000	20	0 3 1	hkl generated by input software.
1.914000	20	1 3 1	hkl generated by input software.
1.873000	30	1 2 3	hkl generated by input software.
1.805000	20	1 0 4	hkl generated by input software.
1.750000	10	1 3 2	hkl generated by input software.

Diffraction pattern graphics

Remarks

Remarks
General o??.

Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD)

Entry # 00-052-0689

Phase classification

Name Lithium Sodium Titanium Oxide
Formula $\text{Na}_{0.48}\text{Li}_{0.22}\text{TiO}_{-78}\text{O}_2$
Pearson symbol hP7_32
Quality * (Excellent)

Bibliographic data

Publication

Reference Halbandyan, V., Chemistry Fac., Rostov State Univ., Rostov-na-Donu, Russia, ICDO Grant-In-Aid, (2001)

Crystal structure

Published crystallographic data

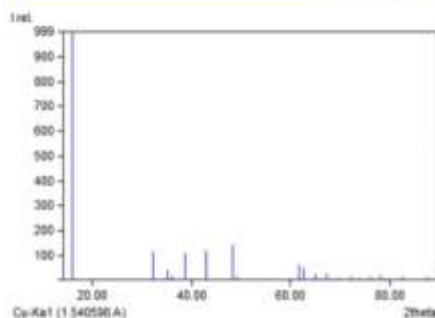
Space group P6₃/mmc (194)
Crystal system hexagonal
Cell $a=2.960930 \text{ \AA}$ $c=11.119100 \text{ \AA}$
parameters
Cell volume 84.419998 \AA^3
Z 2

Diffraction data

Published diffraction lines

d [Å]	Int.	hkl	Remark
5.548610	999	0 0 2	
2.776700	113	0 0 4	
2.561430	40	1 0 0	
2.495760	18	1 0 1	
2.326380	110	1 0 2	
2.107040	116	1 0 3	
1.883670	141	1 0 4	
1.853050	10	0 0 6	
1.501770	64	1 0 6	
1.480040	48	1 1 0	
1.430170	19	1 1 2	
1.390140	24	0 0 8	
1.350630	5	1 0 7	
1.306780	11	1 1 4	
1.282730	5	2 0 0	
1.249350	10	2 0 2	
1.222280	17	1 0 8	
1.212070	7	2 0 3	
1.164330	11	2 0 4	
1.112920	11	1 0 9	

Diffraction pattern graphics



Experimental

Physical Properties

Meas. density 3.360000 g/cm³
Calc. density 3.390000 g/cm³

Remarks

Remarks

General The material is fast sodium ion conductor.
 The material is fast sodium ion conductor.

Temperature

Pattern taken at 25 °C

Sample preparation

Prepared by solid state reaction of finely ground mixture, 0.33 Na_2CO_3 + 0.11 Li_2CO_3 + 0.78 TiO_2 , at 700, 950 and 950 °C with intermediate regrindings and pressings. The homogeneity range for $\text{Na}_{0.48}\text{Li}_{0.22}\text{TiO}_{-78}\text{O}_2$, 0.65 $x \leq 0.69$ at 950 °C, was established to within 1 mol % by the phase analysis of the Na_2O - Li_2O - TiO_2 ternary system.

Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD)

Entry # 01-083-0810

Phase classification

Name Zirconium Oxide
Formula ZrO_2
Pearson symbol oP12
I/Ic 3.390000
Quality C (calculated)

Bibliographic data

Publication

Reference , Calculated from ICSD using POWD-12++ **78**, 445 (1997)

Crystal structure

Published crystallographic data

Space group Pnam (62)
Crystal system orthorhombic
Cell parameters $a=5.471000 \text{ \AA}$ $b=6.341000 \text{ \AA}$ $c=3.246000 \text{ \AA}$
Cell volume 112.610001 \AA^3
Z 4

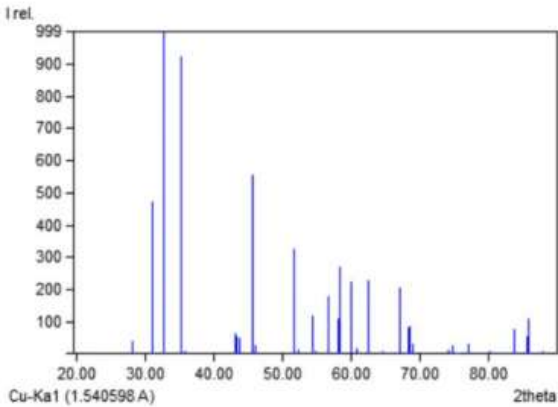
Diffraction data

Published diffraction lines

d [Å]	Int.	hkl	Remark
4.142300	1	1 1 0	
3.170500	41	0 2 0	
2.889420	474	0 1 1	
2.743160	999	1 2 0	
2.735500	996	2 0 0	
2.554980	923	1 1 1	
2.511740	7	2 1 0	
2.095190	62	1 2 1	
2.091770	53	2 0 1	
2.071150	49	2 2 0	
1.986480	553	2 1 1	
1.971640	24	1 3 0	
1.771250	326	0 3 1	
1.752620	10	3 1 0	
1.685140	118	1 3 1	
1.672550	8	2 3 0	
1.623000	175	0 0 2	
1.585250	110	0 4 0	
1.580810	268	3 2 0	
1.542190	224	3 1 1	
1.522620	16	1 4 0	
1.486790	228	2 3 1	
1.444710	5	0 2 2	
1.421230	1	3 2 1	
1.396830	204	1 2 2	Doubly indexed line.
1.396830	204	2 0 2	Doubly indexed line.
1.380770	3	3 3 0	
1.371580	79	2 4 0	
1.367750	84	4 0 0	
1.363180	28	2 1 2	
1.337000	1	4 1 0	
1.277490	12	2 2 2	
1.270590	24	3 3 1	
1.263420	1	2 4 1	
1.260430	1	4 0 1	
1.255870	1	4 2 0	
1.253060	3	1 3 2	
1.236240	29	4 1 1	Doubly indexed line.
1.236240	29	1 5 0	Doubly indexed line.
1.196420	9	3 4 0	
1.190830	2	3 1 2	
1.181250	1	0 5 1	
1.171260	1	4 2 1	
1.164760	2	2 3 2	
1.154640	74	1 5 1	
1.134050	54	0 4 2	
1.132420	109	3 2 2	
1.122590	4	3 4 1	

1.1104508 1 4 2

Diffraction pattern graphics



Experimental

Physical Properties
Calc. density 7.266000 g/cm³

Remarks

Remarks	
General	AX2.
Pressure	REM PRE 24600 MPa.
Article Title	Crystal structure and equation of state of cotunnite-type zirconia
ICSD collection code	079915

Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD)

Entry # 00-052-0690

Phase classification

Name Lithium Sodium Titanium Oxide
Formula $\text{NaLiTi}_3\text{O}_7$
Pearson cF96
Symbol
Quality * (Excellent)

Bibliographic data

Publication

Reference Nelbadyan, V., Chemistry fac., Rostov State Univ., Rostov-na-Donu, Russia, ICDO Grant-in-Aid, (2001)

Crystal structure

Published crystallographic data

Space group Fmmn (59)
Crystal system orthorhombic
Cell $a=16.477800 \text{ \AA}$ $b=5.736100 \text{ \AA}$ $c=11.222000 \text{ \AA}$
Parameters
Cell volume $1060.680054 \text{ \AA}^3$
 Z 8

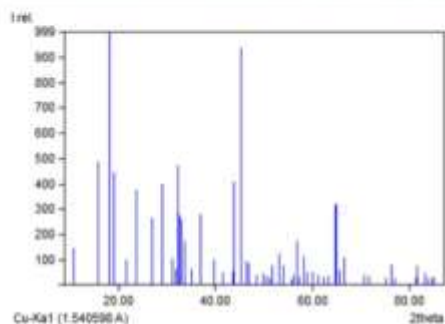
Diffraction data

Published diffraction lines

d [Å]	hkl	Remark
8.263830	146 2 0 0	
5.620700	484 0 0 2	
4.885620	999 1 1 1	
4.642930	445 2 0 2	
4.123130	98 4 0 0	
3.742590	373 3 1 1	
3.321800	265 4 0 2	
3.079640	398 1 1 3	
2.868820	102 0 2 0	
2.803660	60 0 0 4	
2.769420	470 5 1 1	
2.748560	279 6 0 0	
2.712420	262 2 2 0	
2.656120	171 2 0 4	
2.554220	61 0 2 2	
2.439730	279 2 2 2	
2.270670	98 5 1 3	
2.171050	49 4 2 2	
2.073950	54 1 1 5	
2.059230	407 8 0 0	
2.004780	936 0 2 4	
1.952860	96 3 1 5	
1.933500	84 8 0 2	
1.871320	37 1 3 1	
1.824020	45 2 0 6	
1.802370	33 4 2 4	
1.782910	25 3 3 1	
1.765120	78 5 1 5	
1.723350	123 9 1 1	
1.693890	78 1 3 3	
1.647570	22 10 0 0	
1.636350	39 5 3 1	
1.620030	174 6 2 4	
1.603300	32 8 2 2	
1.580960	113 10 0 2	Doubly indexed line.
1.580960	113 9 1 3	Doubly indexed line.
1.565510	50 0 2 6	
1.537560	53 1 1 7	
1.513210	37 5 3 3	
1.486800	31 3 1 7	
1.464510	36 4 2 6	
1.436840	315 8 2 4	
1.434930	320 0 4 0	
1.421250	59 10 0 4	
1.403260	109 0 0 8	
1.331760	39 5 3 5	

1.313340	34	9 3 1	
1.262110	24	2 4 4	
1.247190	80	8 2 6	Doubly indexed line.
1.247190	80	9 3 3	Doubly indexed line.
1.236650	27	10 0 6	
1.180460	32	9 1 7	
1.176700	74	8 4 0	
1.159180	45	8 0 8	
1.151910	27	8 4 2	
1.142810	24	5 1 9	
1.138520	29	1 5 1	

Diffraction pattern graphics



Experimental

Physical Properties

Meas.	3.520000 g/cm ³
Calc.	3.580000 g/cm ³

Remarks

Remarks

General	Pattern taken at 25 C.
Temperature	Pattern taken at 25 C.

Sample preparation

Prepared by solid state reaction of finely ground mixture, 1.01 (Na₂ C O₃) + 1.01 (Li₂ C O₃) + 6 (Ti O₂), at 700, 950 and 1000 C with intermediate regrindings and pressings. The homogeneity range for (Na_{1+x} Li_{1-x} Ti₃ O₇), -0.28 < x < 0.20 at 1000 C, was established to within 1 mol % by the phase analysis of the (Na₂ O₂)-(Li₂ O₂)-(Ti O₂) ternary system.

Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD)

Entry # 01-070-2687

Phase classification

Name Lithium Titanium Oxide
 Formula LiTi_2O_4
 Pearson symbol oP14
 I/Ic 2.930000
 Quality C (calculated)

Bibliographic data

Publication

Reference , Calculated from ICSD using POWD-12++ 141, 365 (1998)

Crystal structure

Published crystallographic data

Space group Pbnm (62)
 Crystal system orthorhombic
 Cell parameters $a=5.036000 \text{ \AA}$ $b=9.639000 \text{ \AA}$ $c=2.946000 \text{ \AA}$
 Cell volume 143.000000 \AA^3
 Z 2

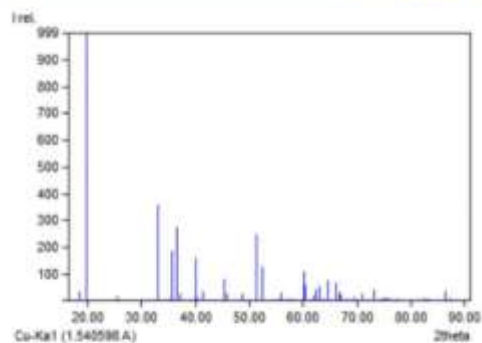
Diffraction data

Published diffraction lines

d [Å]	Int.	hkl	Remark
4.819500	35	0 2 0	
4.463520	999	1 1 0	
3.481920	15	1 2 0	
2.708670	357	1 3 0	
2.542860	9	1 0 1	
2.513590	186	2 0 0	Doubly indexed line.
2.513590	186	0 2 1	Doubly indexed line.
2.458740	273	1 1 1	
2.409750	26	0 4 0	
2.249010	160	1 2 1	
2.231760	10	2 2 0	
2.173710	34	1 4 0	
1.993950	79	1 3 1	
1.981900	26	2 3 0	
1.877440	1	2 1 1	
1.865230	25	0 4 1	
1.800390	4	1 5 0	
1.778930	244	2 2 1	
1.740960	127	2 4 0	
1.653770	6	3 1 0	
1.644410	28	2 3 1	
1.606500	9	0 6 0	
1.585260	5	3 2 0	
1.536230	110	1 5 1	
1.530700	59	2 5 0	Doubly indexed line.
1.530700	59	1 6 0	Doubly indexed line.
1.498810	15	2 4 1	
1.487840	37	3 3 0	
1.473000	52	0 0 2	
1.458510	6	3 0 1	
1.442090	78	3 1 1	
1.410420	65	0 6 1	Doubly indexed line.
1.410420	65	0 2 2	Doubly indexed line.
1.398800	29	1 1 2	
1.395980	19	3 2 1	
1.377400	5	3 4 0	
1.358160	1	2 5 1	Doubly indexed line.
1.358160	1	1 6 1	Doubly indexed line.
1.354330	12	2 6 0	
1.328240	27	1 7 0	Doubly indexed line.
1.328240	27	3 3 1	Doubly indexed line.
1.294030	38	1 3 2	
1.271430	8	2 0 2	
1.265980	6	3 5 0	
1.259000	12	4 0 0	
1.256600	9	0 4 2	
1.248400	7	4 1 0	Doubly indexed line.
1.248400	7	3 4 1	Doubly indexed line.

1.230530	7	2 6 1	Doubly indexed line.
1.230530	7	2 2 2	Doubly indexed line.
1.219400	3	1 4 2	
1.210860	1	1 7 1	
1.208150	1	2 7 0	
1.204870	4	0 8 0	
1.182230	3	2 3 2	
1.171800	5	4 3 0	Doubly indexed line.
1.171800	5	1 8 0	Doubly indexed line.
1.163130	9	3 5 1	
1.160640	6	3 6 0	
1.149450	4	4 1 1	
1.140050	1	1 5 2	
1.125690	20	4 2 1	
1.124510	33	2 4 2	
1.115880	8	4 4 0	Doubly indexed line.
1.115880	8	0 8 1	Doubly indexed line.
1.099950	3	3 1 2	

Diffraction pattern graphics



Experimental

Physical Properties

Calc. density 3.871000 g/cm³

Remarks

Remarks

General

ramsdelites: a combined x-ray and neutron study.

Article Title

A new solid solution series linking Li Ti₂ O₄ and Li₂ Ti₃ O₇ ramsdelites: a combined x-ray and neutron study

ICSD collection

code 051184

Copyright International Centre for Diffraction Data (ICDD)